Struktur und Spannung einiger Kohlenwasserstoffe mit kondensierten Norbornansystemen

DISSERTATION

zur Erlangung des Doktorgrades
der Abteilung für Chemie
an der Ruhr-Universität Bochum

vorgelegt von

Claus-Dieter Bödecker
aus Bochum

Bochum 1982

Struktur und Spannung einiger Kohlenwasserstoffe mit kondensierten Norbornansystemen

DISSERTATION

zur Erlangung des Doktorgrades
der Abteilung für Chemie
an der Ruhr-Universität Bochum

vorgelegt von
Claus-Dieter Bödecker
aus Bochum

Bochum 1982

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Referent: Priv. Doz. Dr. O. Ermer

Korreferent: Prof. Dr. G. Snatzke

Tag der Disputation: 20. Juli 1982

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von August 1979 bis Februar 1982 am Institut für Organische Chemie I der Ruhr-Universität Bochum durchgeführt.

Herrn Priv. Doz. Dr. O. Ermer danke ich für das Thema dieser Arbeit und die Unterstützung bei ihrer Durchführung.

Herrn Professor Dr. W.R. Roth schulde ich Dank für die zur Durchführung dieser Arbeit gewährten Arbeitsmöglichkeiten.

Inhaltsverzeichnis

		Seite
1.	Einleitung	1
2.	Struktur von syn- und anti-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en	7
2.1	Ergebnisse von Kraftfeldrechnungen	7
2.2	Experimentelle Ergebnisse	13
2.2.1	Röntgenstrukturanalyse von 4-Nitrophenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxylat (TCCE)	16
2.2.2	Kristallographische Untersuchungen an weiteren Derivaten	26
2.2.3	Röntgenstrukturanalyse von N-(4-Nitro)-phenyl-anti-tetracyclo [6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarboximid (TCDCI)	32
2.3	Vergleich der berechneten und experimentell bestimmten Geometrie von syn- und anti-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en	44
3.	Struktur von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan	52
3.1	Ergebnisse von Kraftfeldrechnungen	52
3.2	Experimentelle Ergebnisse	55
3.2.1	Synthese von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan-Derivaten und kristallographische Untersuchungen	55
3.2.2	Röntgenstrukturanalyse von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecyl-4-exo-hydrogenphthalat (PCPHTH)	61

Seite

3.2.3 Röntgenstrukturanalyse von N-(1)-Naphthyl-pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecyl-4-exo-carbamat (PCNHUR) 73

3.3 Vergleich der berechneten und experimentell bestimmten Geometrie von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan 85

4. Zusammenfassung 92

5. Beschreibung der chemisch-präparativen Versuche 95

6. Literaturverzeichnis 128

7. Anhang, Liste der beobachteten und berechneten Strukturamplituden 133

1. Einleitung

Gespannte Kohlenwasserstoffe sind für den Chemiker grundsätzlich von großem Interesse [1], [2]. Die gegenüber ungespannten Systemen veränderte Molekülgeometrie äußert sich in einer Zunahme an potentieller Energie und bewirkt ein oftmals außergewöhnliches chemisches und physikalisches Verhalten.

Prinzipiell bestehen zwei Möglichkeiten, um die Geometrie organischer Strukturen in eine Konstitution zu zwingen, die von ihrer gewöhnlichen (spannungsfreien) Anordnung differiert [2]. Die Konstruktion geeigneter, d.h. zumeist kleingliedriger Ringsysteme erzwingt hierbei insbesondere Winkeldeformationen, äußert sich aber auch in nichtbindenden Abstoßungen und energetisch ungünstigen Torsionswinkeln. Bindungslängen werden aufgrund eines relativ harten Stauch- bzw. Streckpotentials weniger beeinflußt. Neben dieser geometrischen Einschränkung läßt sich eine sterische Einschränkung ableiten, die überwiegend auf nichtbindenden Abstoßungen beruht. Verstärkt wird dieser Effekt oftmals durch voluminöse Gruppen. Die teilweise Kompensation der Spannung erfolgt dann über eine Verteilung der Energie auf möglichst viele Freiheitsgrade, vorzugsweise auf solche mit weichen Potentialen, also im wesentlichen auf Bindungs- und Torsionswinkel.

Eine Möglichkeit zur Berechnung molekularer Eigenschaften komplexer Moleküle ist in den sogenannten Kraftfeldrechnungen gegeben [3]-[10]. Dieses semiempirische Verfahren ge-

stattet den Einblick in einen begrenzten Bereich der Born-Oppenheimer-Fläche ganzer Molekülfamilien, wobei die potentielle Energie zumeist isolierter Moleküle (vergl. aber [11]-[13]) im elektronischen Grundzustand in Abhängigkeit der Atomkoordinaten analysiert wird. Als Testobjekte für Kraftfeldrechnungen sind gespannte Kohlenwasserstoffe gut geeignet [3].

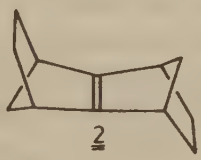
Gemäß dem Prinzip der geometrischen Einschränkung sind durch die formale Kondensation zweier Norborneneinheiten in Verbindung 1 und 2 die exocyclischen $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel beträchtlich aufgeweitet (Abb. 1). Die $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel sind infolge der Ringverknüpfungen komprimiert. Die Spannung der Verbindung 1 bzw. 2 trägt im wesentlichen diesen beiden Komponenten Rechnung. Infolge des konformationell eingeschränkten Norbornengerüsts in 1 und 2 ist eine Aufweitung der $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel nicht oder nur in engen Grenzen möglich. Eine Verkleinerung der exocyclischen $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel und somit ein Abbau der Winkelspannung kann jedoch über eine Abknickung (out-of-plane-bending) der Doppelbindung erfolgen [3].

Kraftfeldrechnungen für syn- und anti- Tetracyclo[$6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}$]dodec-2(7)-en 1 und 2, wie auch für Strukturen mit ähnlich gespannter Doppelbindung (Abb. 1), sagen eine nichtplanare Doppelbindungsgeometrie voraus [3]. Nach diesen Rechnungen ist die Abweichung von der Planarität umso größer, je stärker der exocyclische Winkel aufgeweitet (gespannt) ist.

Abb. 1

Die abgebildeten Verbindungen beinhalten bei planarer Doppelbindung aufgeweitete exocyclische $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel. Diese lassen sich mittels der experimentell bestimmten $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel von 111.0° in Cyclopenten [14], 94.2° in Cyclobuten [15] und ca. 108.0° in Norbornen [16] grob abschätzen (vergl. [3]):
1 und 2, 144.0°; 3, 138.0°; 4, 154.8°; 5, 157.8°; 6, 171.6°

1



2

3

4

5

6

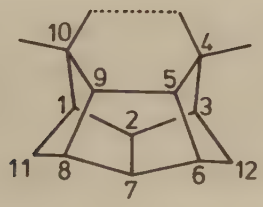
Quantenmechanische Rechnungen für Bicyclo[2.2.0]hexen-1(4) (6) ergeben indessen eine planare Doppelbindung [17]. Dieser Befund steht scheinbar in Einklang mit spektroskopischen Untersuchungen, die im Sinn einer D_{2h}-symmetrischen Struktur und folglich planarer Doppelbindung gedeutet wurden [18]. Die Interpretation der kombinierten IR- und Raman-Untersuchungen wurde aber angezweifelt [3]. Die Kristallstrukturen

einiger Platinkomplexe von Verbindung 6 besitzen hingegen eine stark abgeknickte Doppelbindung [19]-[21]. Jedoch sind Abknickungen in Komplexen, gegenüber in freier Form erwiesenermaßen planarer Doppelbindungen, durchaus etabliert [22]-[24].

Um die Frage nach der Geometrie der Doppelbindung von Verbindungen, wie sie in Abbildung 1 zur Darstellung kommen, endgültig zu klären, sind weitere experimentelle Untersuchungen notwendig. Ein Ziel dieser Arbeit ist daher die Durchführung einer Röntgenstrukturanalyse geeigneter Derivate der Tetracyclododecene 1 und 2.

Die endo-endo orientierte Kondensation zweier Norbornansysteme und Bildung einer zusätzlichen C-C-Verknüpfung führt zu dem hochinteressanten Pentacyclus 7 (half-bird-cage Verbindung) [25]-[29]. Diese Verbindung stellt gewissermaßen einen Kompromiß zwischen geometrischer und sterischer Einschränkung dar. Infolge der Ringverknüpfungen liegen zwei Wasserstoffatome in unmittelbarer sterischer Nachbarschaft. Untersuchungen an ähnlichen Systemen haben ergeben, daß die Spannung von nichtbindenden H...H-Abstoßungen hauptsächlich durch Winkeldeformationen abgebaut wird [3], [30]. Die gegenseitige Meidung der inneren H-Atome sollte für den Pentacyclus 7 dann ebenfalls Anlaß zu C-C-C-Winkelaufweitungen geben. Da der zentrale C(1)-C(2)-C(3)-Winkel relativ weit von den sich bedrängenden Methylengruppen entfernt ist und Winkeldehnungen hierfür eine ausgeprägte Abnahme der H...H-Wechselwirkungen in Aussicht

stellen, sollte dieser Winkel besonders stark aufgeweitet werden (vergl. [3], [30]). Auch erfolgt die Bewegung der



7

Wasserstoffatome hierbei energetisch günstig entlang der H...H-Abstoßung. Den gleichen Effekt erzielt eine Verlängerung der C(5)-C(9)-Bindung. Unter Berücksichtigung eines relativ harten Potentials für Bindungsdehnungen bleibt aber fraglich, ob dieser Mechanismus für den Abbau der Spannung nichtbindender Wechselwirkungen Anwendung findet.

Die abstoßenden H...H-Wechselwirkungen in Verbindung 7 haben indes nicht nur strukturelle Besonderheiten zur Folge, sondern machen sich auch in anderen molekularen Eigenschaften bemerkbar [27]-[29]. Besonders interessant ist hier der Einfluß auf IR-Frequenzen. So führen Winstein et al. [27] die ungewöhnlich hohen C-H-Streckschwingungsfrequenzen (ν_{CH}) auf den kurzen H...H-Abstand zurück. Dieser wurde mittels eines einfachen Potentialmodells auf 1.52 Å geschätzt [27]. Ermer [3] berechnet auch für bestimmte CH_2-Winkeldeformationsschwingungen (δ_{CH_2}) eine beträchtli-

che Frequenzerhöhung im Vergleich zu ungespannten Kohlenwasserstoffen.

Ein weiteres Ziel der vorliegenden Arbeit ist die experimentelle Untersuchung der Struktur von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan 7. Zu diesem Zweck soll eine Röntgenstrukturanalyse an einem geeigneten Derivat durchgeführt werden. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind dann mit den Resultaten von Kraftfeldrechnungen zu vergleichen.

2. Struktur von syn- und anti-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en 1 und 2

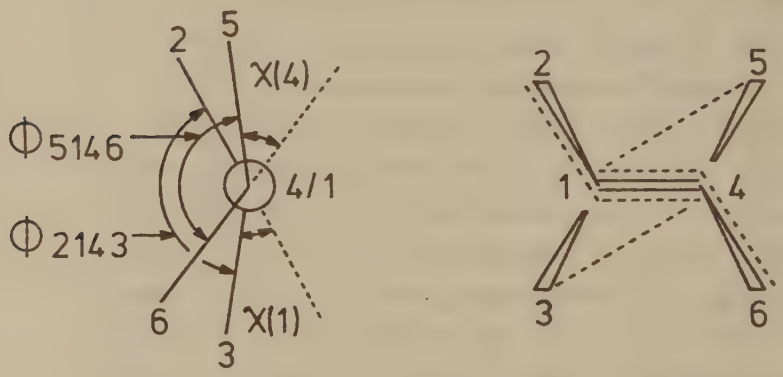
2.1 Ergebnisse von Kraftfeldrechnungen

Dieser Abschnitt beinhaltet eine Zusammenfassung bereits veröffentlichter Ergebnisse von Kraftfeldrechnungen [3]. Diese sollen den Ergebnissen experimenteller Untersuchungen vorangestellt werden, was den vorhersagenden Charakter der Rechnungen durchaus betont.

Vorab sollen einige wichtige Begriffe erläutert werden. Die Analyse nicht planarer Doppelbindungsdeformationen läßt drei unabhängige Arten erkennen, die sich hinsichtlich der Symmetrieanforderung klassifizieren. Reine Verdrillung der Doppelbindung (twisting) ist durch $C_2(D_2)$-Symmetrie charakterisiert; rein symmetrisches out-of-plane-bending (oop) benötigt mindestens $C_s(C_{2v})$-Symmetrie; antisymmetrisches out-of-plane-bending mindestens $C_i(C_{2h})$-Symmetrie [3]. Die höchstmögliche Symmetrie ist eingeklammert. Die Ausdrücke symmetrisch und antisymmetrisch beziehen sich auf eine zweizählige Achse senkrecht zur Doppelbindungsebene bzw. auf eine Spiegelebene senkrecht zur Doppelbindung [3]. Der out-of-plane-bending-Parameter (X-Parameter) wird in Abbildung 2 definiert [3].

Abb. 2

Nach Ermer [3] werden zur Definition der symmetrischen oop-bending Parameter $\chi(1)$ und $\chi(4)$ einer olefinischen Doppelbindung die uneigentlichen Torsionswinkel Φ_{2143} und Φ_{5146} herangezogen, die den Diederwinkel zwischen den Ebenen 2,1,4 und 3,1,4 bzw. 1,4,5 und 1,4,6 beschreiben. Φ_{2143} und Φ_{5146} müssen das gleichen Vorzeichen besitzen (in der Abb. beide positiv), damit überwiegend symmetrische oop-bending-Deformation vorliegt.



$$\chi(1) = \frac{\Phi_{2143}}{|\Phi_{2143}|}\pi - \Phi_{2143}$$

$$\chi(4) = \frac{\Phi_{5146}}{|\Phi_{5146}|}\pi - \Phi_{5146}$$

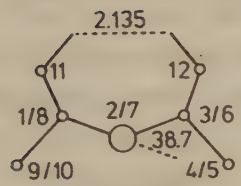
Die Geometrieoptimierung von syn-Tetracyclododecen 1 liefert zwei stereoisomere Minima mit relativ stark abgeknickter Doppelbindung (Abb. 3). In Analogie zu den gesättigten Kohlenwasserstoffen sollen die Konformationen als exo-exo- und endo-endo-Form bezeichnet werden. Die C_{2v}-symmetrischen Minima sind über einen Übergangszustand gleicher Symmetrie verknüpft. Aufgrund der Symmetriebedingung liegt eine rein symmetrische oop-bending-Deformation vor. Der Energieunterschied (ΔV_{tot}) der Minima (M1 und M2) berechnet sich zu 2.18 kcal Mol^{-1} zugunsten des exo-exo-Isomeren (M1). Bei einer oop-bending-Deformation von $\chi = 38.7^{o}$ verkleinert sich der exocyclische $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel von 140.5^{o} im Übergangszustand (ÜZ) auf 128.8^{o} in der M1-Konformation (Abb. 3). Der Übergangszustand mit einer nahezu planaren Doppelbindung liegt nach den Rechnungen 8.03 kcal Mol^{-1} ($\Delta V^{\neq}$) über dem exo-exo-Minimum und 5.85 kcal Mol^{-1} über dem der endo-endo-Form. In letzterer errechnet sich der Abknickparameter zu 26.2^{o}. Der interessante exocyclische Winkel in M2 beträgt dann 134.9^{o} (Abb. 3).

Der Unterschied der berechneten Abknickparameter (oop-bending-Parameter) von 12.5^{o} zwischen den beiden Minimakonformationen (38.7^{o} für das exo-exo- und 26.2^{o} im Fall des endo-endo-Isomeren) beruht möglicherweise auf der unterschiedlichen Abstoßung der inneren (en-ständigen) H-Atome (Abb. 3). Diese sterische Wechselwirkung kann durch die Einführung einer zusätzlichen Doppelbindung anstelle der CH_2-CH_2-Brücke in 1 vermindert werden. Das so erhaltene tetracyclische syn-Diolefin sollte dann in der endo-endo-

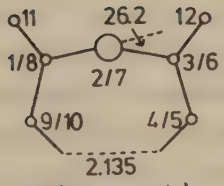
Abb. 3

Berechnete, die Doppelbindung von syn-Tetracyclododecen $\underline{1}$ (Abb. 3a) bzw. der entsprechenden anti-Verbindung $\underline{2}$ (Abb. 3b) charakterisierende Geometrieparameter, sowie einige berechnete Teilspannungen; die Bedeutung der Symbole: M: Minimum; ÜZ: Übergangszustand; V_{tot}: potentielle Energie; V_{θ}: Winkelspannung; V_{oop}: Spannung durch oop-bending-Deformation der Doppelbindung (jeweils in kcal Mol^{-1}); die Bindungswinkel sind in Grad angegeben, ebenso die X-Parameter; nichtbindende Abstände und Bindungslängen in Å; die graphische Darstellung über den Tabellen entspricht einer Newman-Projektion entlang der zentralen Doppelbindung. Gemäß der Symmetrieanforderung ist die Doppelbindung rein symmetrisch oop-bending-deformiert (vergl. Text).

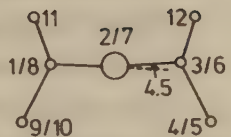
3a)



M1(exo-exo)
C_{2V}



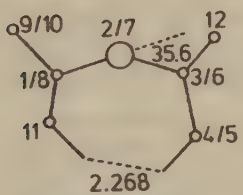
M2(endo-endo)
C_{2V}



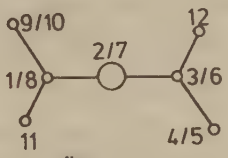
ÜZ C_{2V}

	X	C(sp³)-C(sp²)-C(sp³)	C(sp²)-C(sp²)-C(sp³)	C(sp²)-C(sp²)	V_{tot}	V_{θ}	V_{oop}
M1	38.7	128.8	107.1	1.374	73.38	49.65	11.94
M2	26.2	134.9	108.5	1.358	75.56	59.37	5.49
Üz	4.5	140.5	109.6	1.344	81.41	67.56	0.16

3b)



M(exo-endo)
C_S



ÜZ
C_{2h}

	X	C(sp³)-C(sp²)-C(sp³)	C(sp²)-C(sp²)-C(sp³)	C(sp²)-C(sp²)	V_{tot}	V_{θ}	V_{oop}
M	35.6	130.4	107.6	1.369	73.13	51.79	10.13
Üz	0.0	140.7	109.6	1.343	81.21	67.89	0.0

Form stärker oop-bending deformiert sein als Verbindung 1 der entsprechenden Konformation. In der Tat erhöht sich der berechnete X-Parameter des Diolefins auf einen Wert von 33.2°; der Abknickparameter für das exo-exo-Isomere beträgt hier 38.2°. Im übrigen kehren sich für das tetracyclische Diolefin die Stabilitätsverhältnisse der Minimakonformationen bezüglich derer des Monoolefins 1 um. Die endo-endo-Konformation ist allerdings nur geringfügig (1.33 kcal Mol^{-1}) günstiger.

Für anti-Tetracyclododecen 2 liefert die Geometrieoptimierung bei einer Abknickung der Doppelbindung um 35.6° zwei äquivalente Minima. Die Barriere zwischen den exo-endo-Minimakonformationen (C_s-Symmetrie) berechnet sich zu 8.08 kcal Mol^{-1} ($\Delta V^{\ddagger}$). Im C_{2h}-symmetrischen Übergangszustand muß die Doppelbindung exakt planar angeordnet sein (Abb. 3). Während des oop-bending-Vorgangs verkleinert sich der exocyclische Winkel von 140.7° auf 130.4°. Einige weitere Rechenergebnisse zu 2 sind in Abbildung 3 zusammengestellt.

Kraftfeldrechnungen sagen also für die Verbindungen 1 und 2 eine deutliche Abknickung der Doppelbindung voraus. Die Triebkraft für das Abknicken liegt, den Rechnungen zufolge, in den stark aufgeweiteten exocyclischen Doppelbindungswinkeln. Eine oop-bending-Deformation stellt für die konformationell eingeschränkten Tetracyclen 1 und 2 die einzige Möglichkeit dar, die beiden $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel zu verkleinern und so Spannung abzubauen.

2.2 Experimentelle Ergebnisse

Erfolgreicher Zugang zu der Molekülklasse der Tetracyclododecene 1 und 2 findet sich in der erstmals von Alder [31] beschriebenen [4 + 2] Cycloaddition geeigneter Dienophile an Isodicyclopentadien (8) (Abb. 4). Die Tetracyclododecen-Verbindungen besitzen im übrigen durchaus eine "Geschichte", worauf die Legende zu Abbildung 4 hinweist. Die Reaktion von 8 mit Methylacrylat liefert ausschließlich das syn-exo-Addukt 13 [36](Abb. 5). Reduktion führt zum syn-tetracyclischen Carbinol 14, von dem diverse Ester hergestellt wurden (Abb. 5). Brauchbare Einkristalle für kristallographische Untersuchungen konnten jedoch keiner Kristallisation entnommen werden. Stets resultierten für die Nitrobenzoate von 14 weiche Konglomerate von Kristallen, aus denen sehr dünne Plättchen ($\leq$ 0.03 mm) herausragten. Das Phthalat von 14 konnte nicht zur Kristallisation gebracht werden, sondern erstarrte vielmehr glasartig.

Ausgehend von dem Carbinol 14 scheint die Suche nach weiteren Derivaten für eine Kristallstrukturanalyse unvorteilhaft. Über die Carbonsäure 15, das entsprechende Säurechlorid 16 und anschließende Reaktion desselben mit 4-Nitrophenol wurde der Ester 17 hergestellt (Abb. 5).

Von 4-Nitrophenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.$1^{3,6}$.$0^{2,7}$]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxylat (17), TCCE, konnten aus Äther Einkristalle erhalten werden, die für eine Röntgenstrukturanalyse geeignet schienen. Als Qualitätskontrolle dienten Röntgenaufnahmen.

Abb. 4

Diels - Alder Reaktion von Isodicyclopentadien (8) mit Dienophilen (hier MSA); vier isomere Produkte sind möglich, entsprechend einer syn- oder anti- Anlagerung mit jeweils endo- oder exo- Orientierung des/der Substituenten. Alder et al. [31] postulierten die Konformation 11 als die wahrscheinlichste, was von Martin und Hill [32] angezweifelt wurde. Paquette et al. [33] analysierten das Produktgemisch zu 9 und 10, während Bartlett und Mitarbeiter [34] schließlich 10 und 11 nachwiesen. Das zu 8 oxa-analoge (2-Norborneo) [c] furan bildet mit MSA hingegen nur das syn-exo-Addukt [35]. Für alle anderen Dienophile wurden ausschließlich syn-Addukte mit exo- Orientierung der Substituenten beobachtet [33], [36].

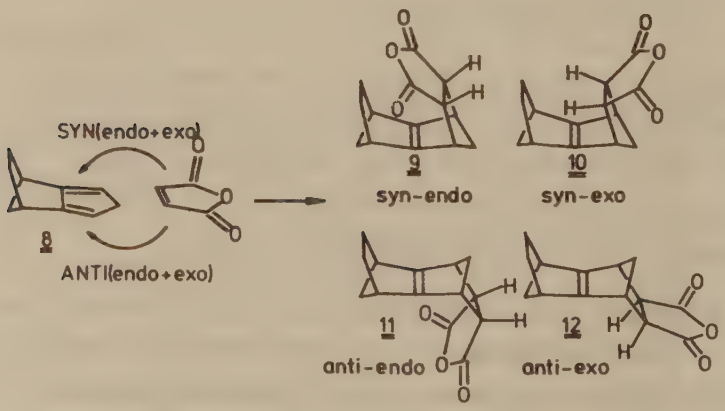
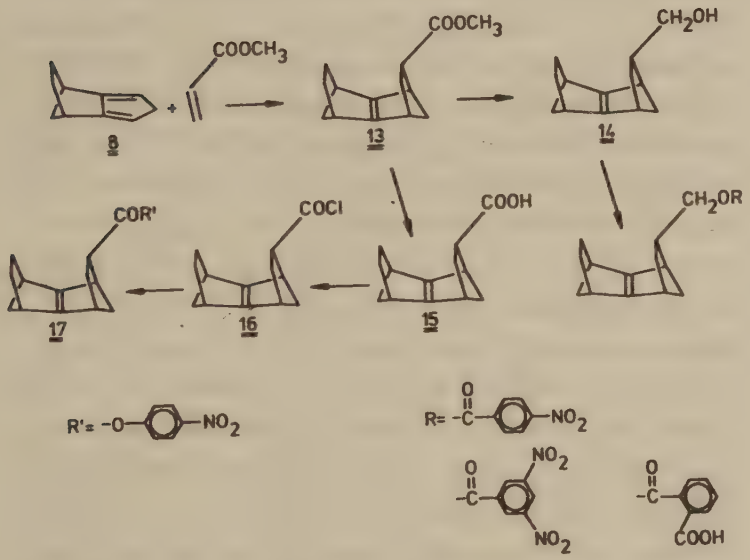


Abb. 5

Reaktionsschema zur Darstellung einiger Derivate von monosubstituiertem syn- Tetracyclododecen 1.



2.2.1 Röntgenstrukturanalyse von 4-Nitrophenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxylat 17 (TCCE)

TCCE kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe Pbca mit acht Molekülen in der Elementarzelle. Die Messung der Intensitäten erfolgte an einem Nonius-CAD4-Diffraktometer [37]. Die Gitterkonstanten sind in Tabelle 1 aufgelistet. Die gemessenen Reflexe wurden nach Korrekturen für Lorentz- und Polarisationseffekte zu Strukturamplituden verarbeitet. Eine Absorptionskorrektur wurde aufgrund des kleinen linearen Absorptionskoeffizienten von 1.01 cm^{-1} nicht angebracht. Von 3550 gemessenen unabhängigen Reflexen (N_{tot}) genügten lediglich 1546 (43.5%) dem Kriterium $F_{obs} \geq 3\,\sigma(F)$ und gingen als beobachtete Reflexe (N_{obs}) in die Rechnungen zur Struktur ein. Die Strukturlösung erfolgte durch die Anwendung direkter Methoden. Eine E-Fourier-Synthese mit den Vorzeichen von 240 Reflexen, deren E-Werte größer als 1.5 waren, erbrachte 23 von 24 Nicht-Wasserstoffatomlagen. Das fehlende Schweratom wurde einer Differenz-Fourier-Synthese entnommen. Die Verfeinerung der Struktur erfolgte durch Voll-Matrix-Kleinste-Quadrate-Angleichungen mit der zu minimisierenden Funktion $\Sigma\, w^2\,(|F_{obs}|-|F_{cal}|)^2$ und $w = 1/\sigma(F_{obs})$, und konvergierte gegen R = 0.086 (Streukurven für die Schweratome nach Cromer und Waber [38]). Die berechneten H-Atomlagen wurden mit Reflexen bis zu einem Grenzwert von $\sin\Theta/\lambda = 0.45$ $Å^{-1}$ individuell isotrop verfeinert (verwendet wurde die Streufunktion von atomarem Wasserstoff [39]).

Alle strukturellen Rechnungen wurden mit dem Programmsystem SHELX 76 durchgeführt [40]. Tabelle 1 stellt eine Zusammenfassung dar.

Tab. 1

Kristalldaten von TCCE (17)

Formel	$C_{19}H_{19}NO_4$
MG	325.36
Schmp. [°C]	112
a [Å]	10.590(3)
b	19.961(6)
c	15.247(3)
V [Å^3]	3223.0
Raumgruppe, Z	Pbca; 8
d_x; d_m [gcm^{-3}]	1.341; 1.35
λ [Å]	0.71069 (MoKα)
$\sin\theta_{max}/\lambda$ [Å^{-1}]	0.62
N_{tot}; N_{obs}	3550; 1546 ($F_{obs} \geq 3\sigma(F)$)
R-Wert	0.086

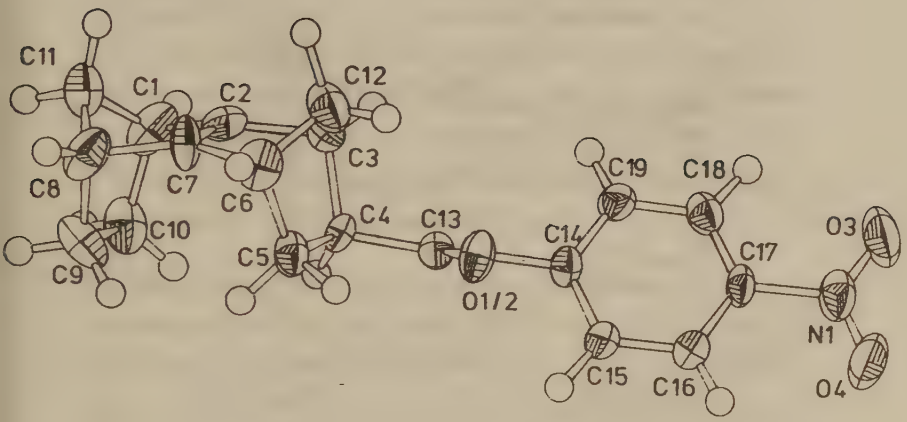
$$\sigma(I) = (\sigma^2(I_{stat}) + (0.04 \cdot I_{stat})^2)^{1/2}$$

Abb. 6

a) Graphische Ansicht von TCCE; die untere Abbildung entspricht einer Newman-Projektion entlang der zentralen Doppelbindung. Die Ellipsoide umschließen 35%ige atomare Aufenthaltswahrscheinlichkeit, die Schwingungsamplituden der Wasserstoffatome sind nicht maßstäblich (man beachte die ausgeprägte Anisotropie an C2 und C7).

b) Anordnung von TCCE im Kristall mit der Projektion entlang a; H-Atome finden aus Gründen der Übersichtlichkeit keine Berücksichtigung.

Abb. 6a


C11
C1
C2
C12
C3
C8
C7
C6
C10
C4
C13
C14
C19
C18
O3
C17
C9
C5
O1/2
N1
C15
C16
O4

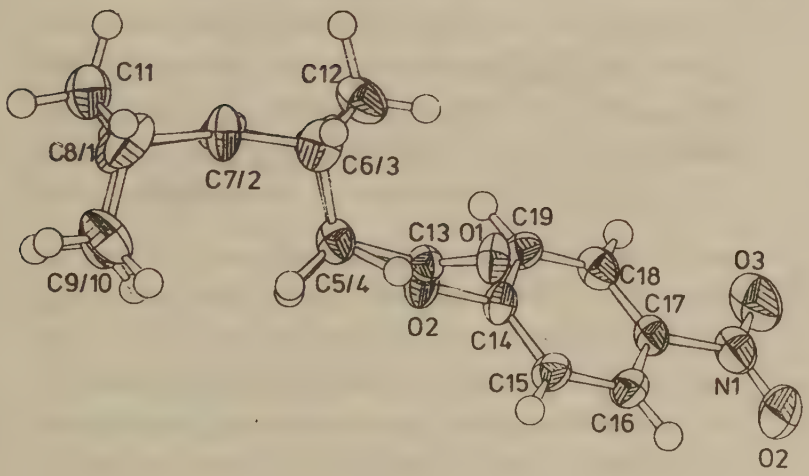
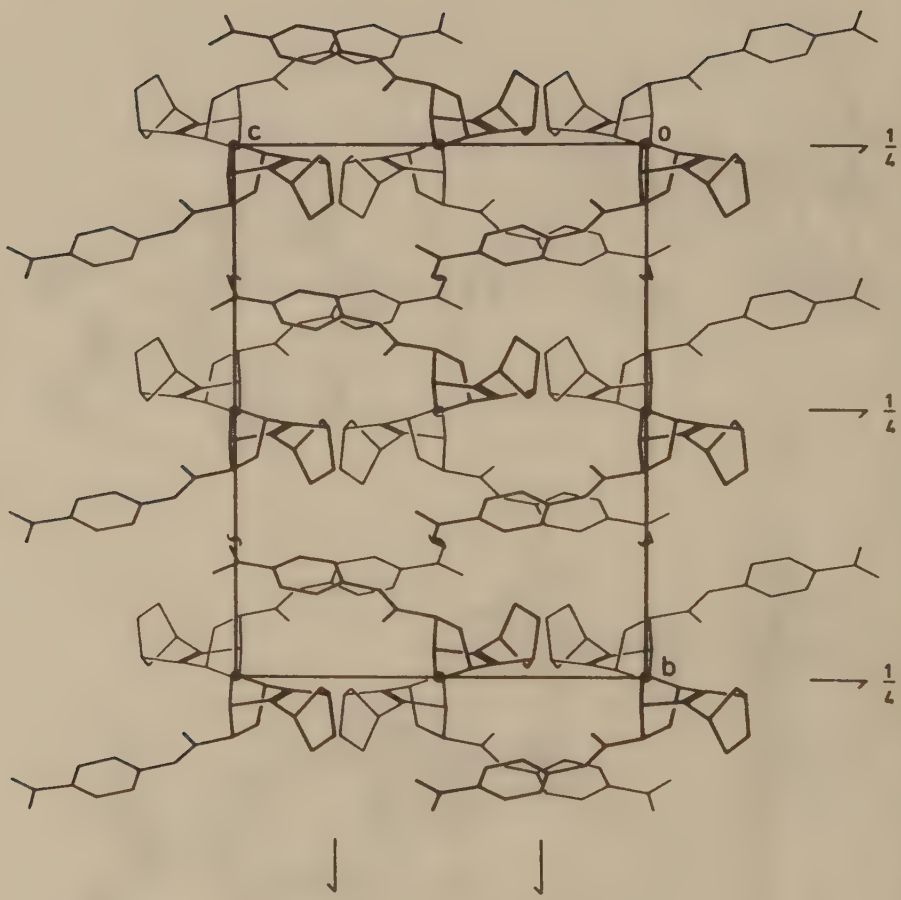

C11
C12
C8/1
C7/2
C6/3
C13
O1
C19
C18
O3
C9/10
C5/4
C17
O2
C14
C15
N1
C16
O2

Abb. 6b



Die nach Abschluß der Verfeinerung erhaltenen Strukturparameter (Atomlagen und Temperaturfaktoren) sind in Tabelle 2 aufgelistet. Eine graphische Ansicht von TCCE sowie eine Ansicht der Molekülanordnung im Kristall wird in Abbildung 6 dargestellt. Auffällig ist die ausgeprägte Anisotropie der Temperaturfaktoren an den Doppelbindungsatomen C(2) und C(7). Möglicherweise besteht ein Zusammenhang zwischen der Anisotropie und den beiden größten nicht zu Bindungen oder Atomen gehörenden Restelektronendichtemaxima von 0.70 und 0.50 $e\text{Å}^{-3}$, die in der Nähe der Doppelbindung lokalisiert sind (oberhalb und unterhalb versetzt).

Die molekularen Geometrieparameter nach Abschluß der Verfeinerung kommen in Abbildung 7 zur Darstellung. Diese sind augenscheinlich fragwürdig. So ist die zentrale Doppelbindung mit 1.262(9) Å bezüglich einer Standardbindungslänge von 1.34 Å erheblich zu kurz. Die $C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Bindungslängen sind vergleichsweise zu lang, was besonders für die C(1)-C(2)-Bindung mit 1.613(9) Å gegenüber einem erwarteten Wert von ca. 1.50 Å zutrifft. Größere Abweichungen in diesem Sinn sind auch für die $C(sp^3)$-$C(sp^3)$-Bindungslängen an den Methylenbrücken zu beobachten.

Die unvernünftigen molekularen Geometrieparameter insbesondere die Bindungslängen sind wahrscheinlich auf eine partielle Fehlordnung zurückzuführen. Erste Hinweise auf eine hohe Temperaturbewegung/Fehlordnung war der Tatsache zu entnehmen, daß oberhalb eines Beugungswinkels von ca. 25° (bei Mo-Strahlung) praktisch kein Reflex mehr signi-

Tab. 2

Strukturparameter von TCCE mit Standardabweichungen in Einheiten der letzten angegebenen Dezimalen. Die Kristallkoordinaten der Schweratome wurden mit 10^4, Koordinaten der Wasserstoffatome und isotropen Temperaturfaktoren mit 10^3 multipliziert. Der Ausdruck für die anisotropen Temperaturfaktor-Koeffizienten U_{ij} (in $Å^2$) lautet:

$$T = \exp\left[-2\pi^2(U_{11}h^2a^{*2} + U_{22}k^2b^{*2} + U_{33}l^2c^{*2} + 2U_{23}klb^*c^* + 2U_{13}hla^*c^* + 2U_{12}hla^*b^*)\right]$$

Kristallkoordinaten

	x	y	z
C(1)	4764(5)	738(3)	6446(4)
C(2)	3672(5)	427(3)	5831(4)
C(3)	3245(5)	529(3)	4859(3)
C(4)	2301(4)	1131(2)	4903(3)
C(5)	1230(5)	884(3)	5527(3)
C(6)	1601(5)	156(3)	5734(4)
C(7)	2784(5)	244(3)	6328(3)
C(8)	3161(6)	328(4)	7297(4)
C(9)	3075(6)	1090(3)	7424(4)
C(10)	4167(6)	1373(3)	6870(4)
C(11)	4525(6)	206(3)	7135(3)
C(12)	2232(6)	-48(3)	4919(4)
C(13)	1789(6)	1261(2)	3993(3)
C(14)	2297(5)	1770(2)	2643(3)
C(15)	1225(5)	2135(2)	2451(3)
C(16)	935(5)	2258(2)	1581(3)
C(17)	1736(6)	2020(3)	945(3)
C(18)	2826(5)	1678(3)	1139(3)
C(19)	3104(4)	1536(2)	1994(3)
N(1)	1404(7)	2137(3)	10(3)
O(1)	833(3)	1052(2)	3684(2)
O(2)	2632(3)	1631(2)	3510(2)
O(3)	2111(5)	1911(2)	-557(3)
O(4)	452(5)	2462(3)	-150(3)

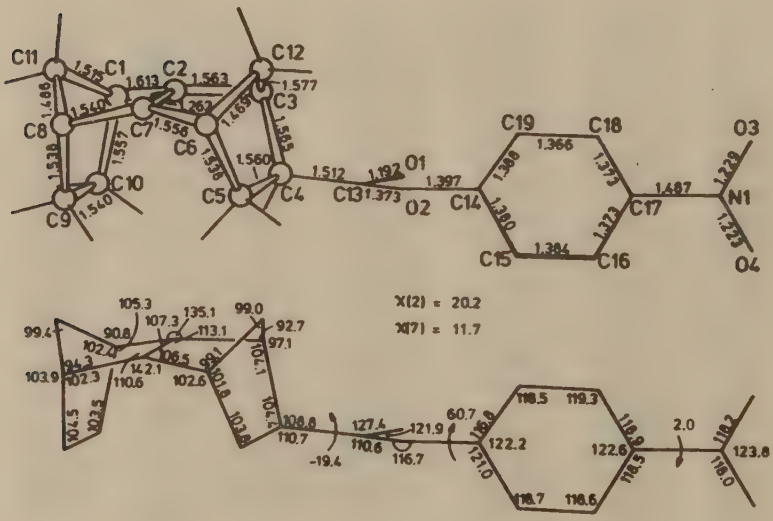
	x	y	z	U_{iso}
H(1)	559(4)	83(2)	613(3)	55(16)
H(3)	382(4)	55(2)	433(3)	35(13)
H(4)	276(3)	163(2)	515(2)	22(13)
H(5)	31(4)	96(2)	519(3)	51(16)
H(5en)	118(6)	118(3)	608(4)	127(25)
H(6)	87(4)	-11(2)	600(3)	52(16)
H(8)	260(4)	4(2)	776(2)	27(13)
H(9)	327(4)	110(2)	805(3)	61(16)
H(9en)	222(4)	132(2)	731(3)	30(14)
H(10)	498(4)	156(2)	716(3)	57(17)
H(10en)	396(4)	174(2)	645(3)	45(15)
H(11)	496(5)	49(3)	769(4)	103(21)
H(11en)	475(4)	-30(3)	690(3)	71(18)
H(12)	169(4)	-4(3)	442(3)	65(16)
H(12en)	285(5)	-53(3)	506(3)	95(20)
H(15)	65(4)	231(2)	298(2)	29(13)
H(16)	22(4)	251(2)	141(3)	42(14)
H(18)	340(4)	154(2)	61(3)	45(14)
H(19)	385(4)	131(2)	215(2)	31(13)

anisotrope Temperaturfaktoren ($x10^3$)

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
C(1)	60(4)	100(6)	101(5)	40(5)	-2(4)	-4(4)
C(2)	70(4)	77(4)	76(4)	2(3)	0(4)	34(4)
C(3)	71(4)	51(3)	53(4)	-7(3)	-7(3)	7(3)
C(4)	51(3)	47(3)	40(3)	14(3)	-8(3)	0(3)
C(5)	77(4)	65(4)	41(3)	7(3)	-1(3)	-9(3)
C(6)	58(4)	93(5)	79(5)	12(4)	4(4)	-15(4)
C(7)	61(4)	100(5)	31(3)	15(3)	1(3)	-26(4)
C(8)	59(5)	116(6)	88(5)	36(4)	-3(4)	9(4)
C(9)	111(6)	100(5)	75(4)	-36(4)	21(4)	-16(5)
C(10)	95(5)	78(5)	69(4)	-2(4)	-15(4)	-41(4)
C(11)	96(6)	102(5)	55(4)	9(4)	-1(4)	-7(4)
C(12)	134(5)	67(4)	57(4)	-3(3)	14(4)	-15(4)
C(13)	55(4)	42(3)	45(3)	2(3)	-2(3)	-7(3)
C(14)	46(4)	64(4)	37(3)	7(3)	0(3)	-4(3)
C(15)	65(4)	54(3)	45(3)	9(3)	1(3)	8(3)
C(16)	69(4)	58(4)	52(4)	5(3)	-6(3)	9(3)
C(17)	82(4)	48(4)	31(3)	10(3)	-7(3)	-9(3)
C(18)	73(4)	63(4)	45(3)	-1(3)	8(4)	-5(4)
C(19)	57(4)	51(3)	51(3)	10(3)	4(3)	5(3)
N(1)	126(5)	60(4)	51(4)	11(3)	-13(4)	-20(4)
O(1)	60(2)	79(3)	54(2)	16(2)	-18(2)	-24(2)
O(2)	55(2)	70(3)	42(2)	14(2)	-6(2)	-11(2)
O(3)	190(5)	113(4)	44(3)	-2(3)	-7(3)	-5(4)
O(4)	160(5)	99(4)	75(3)	18(3)	-48(3)	11(4)

Abb. 7

Molekulare Geometrieparameter von TCCE;
Bindungslängen (Å), Bindungswinkel (Grad), X-Parameter (Grad), mittlere Torsionswinkel (Grad) um die C(14)-O(2)- und C(17)-N(1)-Bindung, sowie der C(5)-C(4)-C(13)-O(1)-Torsionswinkel sind aufgeführt.
Die geschätzte Standardabweichung beläuft sich in den Bindungslängen auf 0.007-0.01 Å und in den Winkeln bzw. Torsionswinkeln sowie X-Parametern auf 0.5-0.8°. Es müssen aber auch systematische Fehler in Rechnung gestellt werden (partielle Fehlordnung).



fikant beobachtet wurde. Dies kommt auch in dem ungünstigen Verhältnis von N_{obs}/N_{tot} (43.5%) zum Ausdruck.

Unter der Annahme, daß partielle Fehlordnungen sich vornehmlich in Verzerrungen von Bindungslängen äußern, können unter Vorbehalt einige Aussagen bezüglich der Konformation von TCCE getroffen werden. Augenscheinlich ist die Doppelbindung nicht planar und zur endo-endo-Form abgeknickt (Abb. 6a). Allerdings differieren die Abknickparameter mit X(2) = 20.2° und X(7) = 11.7° beachtlich (Ziffern in Klammern bezeichnen das jeweilige C(sp^2)-Atom). Dieser Unterschied geht mit dem ebenfalls stark voneinander differierenden exocyclischen C(1)-C(2)-C(3)-Winkel (135.1°) und C(6)-C(7)-C(8)-Winkel (141.2°) einher (Abb. 7).

Die Geometrieparameter für den Substituenten lassen keine nennenswerten Fehlordnungseffekte erkennen. Die Aufweitung des endocyclischen Winkels an C(17) von 122.6(6)° gegenüber 120° in Benzol ist auf den elektronenziehenden Charakter der Nitrogruppe zurückzuführen [41]. Durch elektronenziehende Gruppen werden die p-Elektronen stärker in Richtung des bindenden Orbitals zum Substituenten verschoben als die weniger beweglicheren s-Elektronen (σ-Effekt [41]). Der erhöhte s-Charakter in den übrigen bindenden Hybridorbitalen hat dann eine Winkelaufweitung zur Folge. Mit 122.2(6)° wird auch für den C(15)-C(14)-C(19)-Winkel eine Aufweitung beobachtet. Daraus ist zu schließen, daß ein RCOO-Substituent am Aromaten einen relativ stark elektronenziehenden Charakter besitzt. Die Ebene des Aromaten und

die Ebene durch O(1)-C(13)-O(2) ist um etwa 61° aus der elektronisch günstigen koplanaren Anordnung gedreht (Abb. 6). Diese Tatsache ist möglicherweise die Folge abstoßender H(15)...O(1)-Wechselwirkungen. Durch eine solche Verdrillung vergrößert sich der H(15)...O(1)-Abstand auf 2.73(6) Å.

Eine weitergehende Diskussion hinsichtlich der Struktur von syn-Tetracyclododecen 1 ist mit den fragwürdigen Ergebnissen dieser Röntgenstrukturanalyse nicht möglich. Dies trifft besonders für den angestrebten Vergleich der Geometrieparameter mit den Ergebnissen von Kraftfeldrechnungen zu. Es gilt nun, weitere Derivate von 1 (bzw. 2) zu untersuchen, um dann erneut eine Kristallstrukturanalyse vorzunehmen.

2.2.2 Kristallographische Untersuchungen an weiteren Derivaten

Für eine weitere Kristallstrukturanalyse wurden eine Reihe von Tetracyclododecen-Derivaten hergestellt (Abb. 8). Ein wesentliches Kriterium für die Auswahl einer dieser Verbindungen für eine Kristallstrukturanalyse sollte eine möglichst geringe Temperaturbewegung in den Kristallen sein. Diese wurde aus Weißenberg-Röntgenaufnahmen abgeleitet. Den Aufnahmen ist in etwa der Beugungswinkel zu entnehmen, bis zu dem Reflexe noch beobachtet werden können. Liegt eine hohe Temperaturbewegung vor, werden die Reflexe mit zunehmendem Beugungswinkel relativ schnell diffus. Bei einer

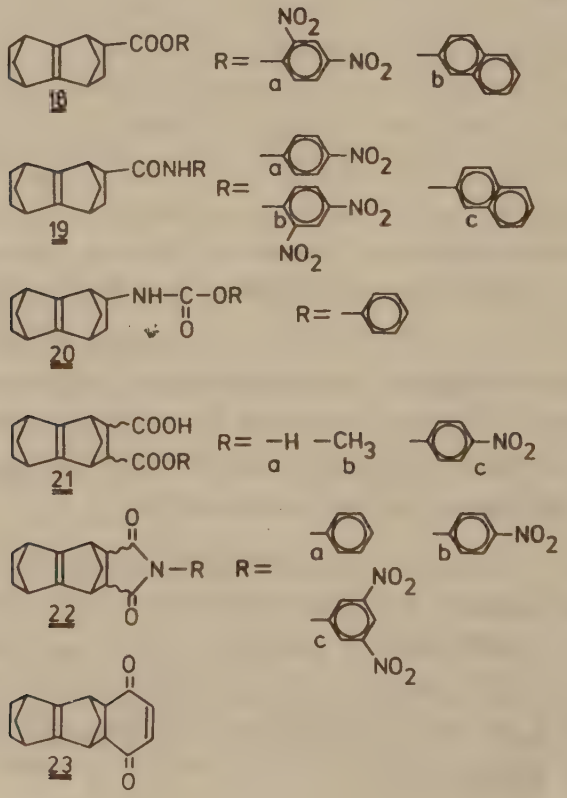
niedrigen Temperaturbewegung sind auch bei hohen Beugungswinkeln noch Reflexe zu beobachten.

Die Darstellung der Ester (18) und Carbonsäureamide (19) mit syn-tetracyclischem Grundgerüst erfolgte analog der Synthese von TCCE (17) (Abb. 5; siehe Abschnitt 5). Verbindung 20 (Abb. 8) konnte ausgehend von der Carbonsäure 15 über einen Curtius-Abbau hergestellt werden. Relativ einfacher Zugang zu einem disubstituierten Tetracyclododecengerüst ist über die Reaktion von Isodicyclopentadien 8 mit Maleinsäureanhydrid möglich. (Paquette und Mitarbeiter [33] hatten zu dem Zeitpunkt gerade über die Stereochemie dieser Reaktion berichtet und die beiden Produkte aufgrund spektraler Daten sowie chemischer Überführung in bereits bekannte Verbindungen als das syn-exo- und syn-endo-Anlagerungsprodukt 9 und 10 vermeintlich identifiziert (Abb. 4)). Die chromatographische Trennung des viskosen Adduktgemisches erwies sich für präparative Mengen als ungünstig. Für die Darstellung der Verbindungen 21a-21c und 22a-22c (Abb. 8) wurde daher das Anhydridgemisch (Verbindung 9 und 10) eingesetzt (vergl. Abschnitt 5). Verbindung 23 konnte durch Reaktion äquimolarer Mengen Isodicyclopentadien 8 und p-Benzochinon hergestellt werden [33].

Tabelle 2 beinhaltet die aus Präzessionsaufnahmen erhaltenen Zellparameter der kristallographisch untersuchten Derivate mit tetracyclischem Kohlenstoffgerüst. (Von synthetisierten, aber in Tabelle 2 nicht aufgeführten Verbindungen konnten keine geeigneten Röntgenkristalle erhalten werden; (vergl. Abschnitt 5).

Abb. 8

Synthetisierte Derivate von Tetracyclododecen. Bis auf die Dicarbonsäure 21a und das Dicarbonsäureimid 22b (Produktgemische) liegt in allen Verbindungen das syn-tetracyclische Kohlenstoffgerüst mit exo-Orientierung des/der Substituenten vor. Von den Verbindungen 21a und 22b wurde zunächst angenommen, daß es sich um ein syn-Tetracyclododecengerüst mit exo- und endo-ständigen Substituenten handelt (vergl. [33]).



Tab. 3

Kristallographisch untersuchte Derivate von Tetracyclododecen. Die Zellparameter wurden aus Präzessionsaufnahmen erhalten. Dimensionen der Einheitszelle in Å und Grad, das Volumen in $Å^3$, berechnete und gemessene Dichte in gcm^{-3}. Die geschätzten Standardabweichungen belaufen sich auf 0.01-0.02 Å in Kantenlängen und 0.1^o in den monoklinen Winkeln.

18b	$C_{23}H_{22}O_2$	$\beta = 97.8$
	$P2_1/c$	$V = 1743.0$
	$a = 9.88$	$Z = 4$
	$b = 6.14$	$d_x = 1.259$
	$c = 29.00$	$d_m = 1.25$
19a	$C_{19}H_{20}N_2O_3$	$\beta = 113.2$
	$P2_1/c$	$V = 1575.0$
	$a = 11.88$	$Z = 4$
	$b = 14.73$	$d_x = 1.368$
	$c = 9.79$	$d_m = 1.34$
21a	$C_{14}H_{16}O_4$	
	$Pca2_1$ oder Pbcm	$V = 2310.3$
	$a = 12.33$	$Z = 8$
	$b = 11.14$	$d_x = 1.427$
	$c = 16.82$	$d_m = 1.43$

21b	$C_{15}H_{18}O_4$	β = 117.5
	$P2_1/c$	V = 1262.9
	a = 11.21	Z = 4
	b = 10.73	d_x = 1.379
	c = 11.84	d_m = 1.38
21c	$C_{20}H_{17}NO_6$	β = 147.7
	$P2_1/c$	V = 1705.7
	a = 14.69	Z = 4
	b = 9.19	d_x = 1.430
	c = 23.66	d_m = 1.43
22a	$C_{20}H_{19}NO_2$	V = 3002.3
	$Cmc2_1$, Ama2	Z = 8
	oder Cmcm	d_x = 1.351
	a = 6.03	d_m = 1.33
	b = 27.94	
	c = 17.82	
22b	$C_{20}H_{18}N_2O_4$	β = 91.5
	$P2_1/c$	V = 1699.1
	a = 14.80	Z = 4
	b = 6.47	d_x = 1.369
	c = 17.75	d_m = 1.35
22c	$C_{20}H_{17}N_3O_6$	β = 95.0
	$P2_1/c$	V = 1792.3
	a = 14.84	Z = 4
	b = 12.16	d_x = 1.465
	c = 9.97	d_m = 1.44

23	$C_{16}H_{16}O_2$	V = 4801.6
	Abm2 oder Cmma	Z = 16
	a = 28.34	d_x = 1.329
	b = 20.27	d_m = 1.31
	c = 8.36	

Eine eindeutige Bestimmung der Raumgruppe ist nicht für alle untersuchten Kristalle möglich. Die systematischen Auslöschungen lassen für Verbindung 21a die Raumgruppe Pbcm und $Pca2_1$ zu. Die Zahl äquivalenter Punktlagen (Ordnung der Raumgruppe) beträgt für $Pca2_1$ vier und für Pbcm acht. Nach der Dichte befinden sich acht Moleküle in der Elementarzelle. Vermutlich liegt daher die zentrosymmetrische Raumgruppe Pbcm vor (in $Pca2_1$ befänden sich sonst zwei Moleküle in der asymmetrischen Einheit). Für das Dicarbonsäureimid 22a sind die Raumgruppen $Cmc2_1$, Ama2 und Cmcm möglich. Mit acht Molekülen in der Elementarzelle müßte das Molekül in der zentrosymmetrischen Raumgruppe Cmcm (Ordnung der Gruppe ist 16) eine spezielle Lage einnehmen. Unter der Annahme einer geordneten Struktur wäre dies eine Spiegelebene. In den nichtzentrosymmetrischen Raumgruppen $Cmc2_1$ und Ama2 (Ordnung jeweils acht) läge ein Molekül in der asymmetrischen Einheit. Diese Gruppen sind nicht weiter zu unterscheiden. Für das Addukt 23 sind die beiden Raumgruppen Cmma und Abm2 anhand der systematischen Auslöschungen möglich. Mit 16 Molekülen in der Elementarzelle liegt vermutlich die zentrosymmetrische Raumgruppe vor. Die Zahl der äquivalenten Punktlagen beträgt hierfür 16. In den nichtzen-

trosymmetrischen Raumgruppe Abm2 lägen sonst zwei Moleküle in der asymmetrischen Einheit vor.

Infolge einer relativ hohen Temperaturbewegung (rascher Abfall der Röntgenintensitäten mit steigendem Beugungswinkel) sind die Verbindungen 18b, 21a und 23 für eine Kristallstrukturanalyse (bei Raumtemperatur) wenig geeignet. Eine vergleichsweise niedrige Temperaturbewegung ist in den Kristallen des Dicarbonsäureimids 22b gegeben. Diese Verbindung wurde daher für Intensitätsmessungen ausgewählt.

2.2.3 Röntgenstrukturanalyse von N-(4-Nitro)-phenyl-anti-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarboximid TCDCI (22b)

TCDCI kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit vier Molekülen in der Elementarzelle (Tab. 3, Tab. 4). Die Intensitätsmessung erfolgte auf einem Synthex Vierkreisdiffraktometer mit der ω-2θ scan Technik und variabler scan Geschwindigkeit [42]. Die Zellparameter wurden aus den Beugungswinkeln von 25 ausgewählten Reflexen mit Hilfe einer Ausgleichsrechnung bestimmt. Es wurden die Intensitäten von Reflexen der Art hkl, $h\bar{k}l$ und $\bar{h}kl$ gemessen. Anhand von zwei Monitorreflexen (alle 48 Reflexe gemessen) war ein kontinuierliches Absinken der Intensität auf ca. 83% der Ausgangsintensität festzustellen. Dieser Abfall wurde auf Mängel am Goniometer zurückgeführt. (Tests an einem anderen Kristall von TCDCI ergaben keinen Hinweis auf ein kristallbedingtes Absinken der Intensität.) Die

7392 gemessenen Reflexe wurden mit Hilfe der Monitorreflexe skaliert und nach Korrekturen für Lorentz- und Polarisationseffekte zu Strukturamplituden verarbeitet. Aufgrund des geringen linearen Absorptionskoeffizienten von 1.04 cm^{-1} wurde auf eine Absorptionskorrektur verzichtet. Nach dem Mitteln der äquivalenten Reflexe verblieben 5026 symmetrieunabhängige Reflexe (N_{tot}), wovon 3295 (65.5%) dem Kriterium $F_{obs} \geq 3\ \sigma(F)$ Rechnung tragen und als beobachtet (N_{obs}) in die Rechnungen zur Struktur eingingen. Die Lösung der Struktur erfolgte mittels direkter Methoden. Dazu wurden zunächst mit den Vorzeichen von 380 Reflexen, deren E-Werte größer als 1.8 waren, zwei E-Fourier-Synthesen gerechnet. Die resultierenden Elektronendichtemaxima waren jedoch in keinen chemisch sinnvollen Zusammenhang zu bringen. Als erfolgreich für die Lösung der Struktur erwies sich die Begrenzung der zu bestimmenden Phasen auf 269 (E-Werte größer als 2.0). Einer Fourier-Synthese mit den Vorzeichen dieser Reflexe waren dann 22 (von 26) Lagen von Nicht-Wasserstoffatomen zu entnehmen. Die fehlenden Atomlagen wurden einer Differenz-Fourier-Synthese entnommen. Die Strukturverfeinerung erfolgte wie für TCCE (Abschnitt 2.2.1) und konvergierte gegen einen R-Wert von 0.064. Die Reflexe 004 und 110 sind möglicherweise extinktionsgeschädigt und wurden von der Strukturverfeinerung ausgeschlossen. Die Atomlagen und Temperaturparameter nach Abschluß der Verfeinerung sind in Tabelle 5 aufgeführt.

Eine graphische Ansicht von TCDCI bietet Abbildung 9. Die Tatsache, daß es sich bei der untersuchten Verbindung augenscheinlich um den anti-Tetracyclus mit exo-ständigen Substituenten handelt, läßt die von Paquette et al.[33] vorgeschlagene Stereochemie der Diels-Alder-Reaktion von Isodicyclopentadien 8 und Maleinsäureanhydrid (Abb. 4) fragwürdig erscheinen (vergl. Abschnitt 2.2.2). Die synthetische Vorstufe von TCDCI (Anhydridgemisch obiger Reaktion) sollte bereits ein anti-tetracyclisches Kohlenstoffgerüst besitzen. Der Beweis wurde wenig später von Bartlett

Tab. 4

Kristallographische Daten von TCDCI

Formel	$C_{20}H_{18}N_2O_4$
MG	350.38
Schmp. [°C]	205
a [Å]	14.801(4)
b	6.475(2)
c	17.747(3)
V [Å^3]	1700.3
Raumgruppe; Z	$P2_1/c$
d_x, d_m [gcm^{-3}]	1.368; 1.35
λ [Å]	0.71069 (MoKα)
$\sin\Theta_{max}/\lambda$ [A^{-1}]	0.71
N_{tot}; N_{obs}	5026; 3295 ($F_{obs} \geq 3\sigma(F)$)
R-Wert	0.064

$\sigma(I) = (\sigma^2(I_{stat}) + (0.02 \cdot I_{stat})^2)^{1/2}$

Tab. 5

Strukturparameter von TCDCI mit Standardabweichungen in Einheiten der letzten angegebenen Dezimalen. Die Kristallkoordinaten der Schweratome sind mit 10^4, die der Wasserstoffatome und ihrer isotropen Temperaturfaktoren mit 10^3 multipliziert. Der Ausdruck für die anisotropen Temperaturfaktor-Koeffizienten ist Tab. 2 zu entnehmen.

Kristallkoordinaten

	x	y	z	U_{iso}
C(1)	8923(1)	10843(5)	6889(1)	
C(2)	7965(1)	10426(4)	6633(1)	
C(3)	7247(1)	8741(3)	6622(1)	
C(4)	6390(1)	9809(3)	6925(1)	
C(5)	6147(1)	11420(3)	6318(1)	
C(6)	6876(1)	11091(3)	5723(1)	
C(7)	7749(1)	11809(4)	6098(1)	
C(8)	8552(1)	13145(4)	5980(1)	
C(9)	9244(2)	11731(5)	5600(1)	
C(10)	9500(2)	10168(5)	6213(2)	
C(11)	8934(2)	13213(5)	6780(2)	
C(12)	7004(1)	8753(4)	5776(1)	
C(13)	5593(1)	8389(3)	6943(1)	
C(14)	5214(1)	10847(3)	6040(1)	
C(15)	4101(1)	8059(3)	6290(1)	
C(16)	3313(1)	9073(3)	6450(1)	
C(17)	2490(1)	8064(3)	6344(1)	
C(18)	2505(1)	6050(3)	6093(1)	
C(19)	3283(1)	5038(3)	5927(1)	
C(20)	4091(1)	6052(3)	6018(1)	
N(1)	4949(1)	9057(2)	6410(1)	
N(2)	1640(1)	4934(3)	6015(1)	
O(1)	5496(1)	6895(2)	7334(1)	
O(2)	4756(1)	11708(2)	5567(1)	
O(3)	945(1)	5882(3)	6097(1)	
O(4)	1671(1)	3103(3)	5873(1)	
H(1)	910(2)	1031(4)	736(2)	63(9)
H(3)	739(2)	728(3)	682(1)	35(7)
H(4)	651(1)	1035(3)	743(1)	31(7)
H(5)	616(1)	1282(3)	648(1)	30(7)
H(6)	670(2)	1168(3)	522(1)	39(7)
H(8)	839(2)	1457(4)	576(2)	78(10)
H(9)	977(2)	1261(5)	543(2)	85(10)

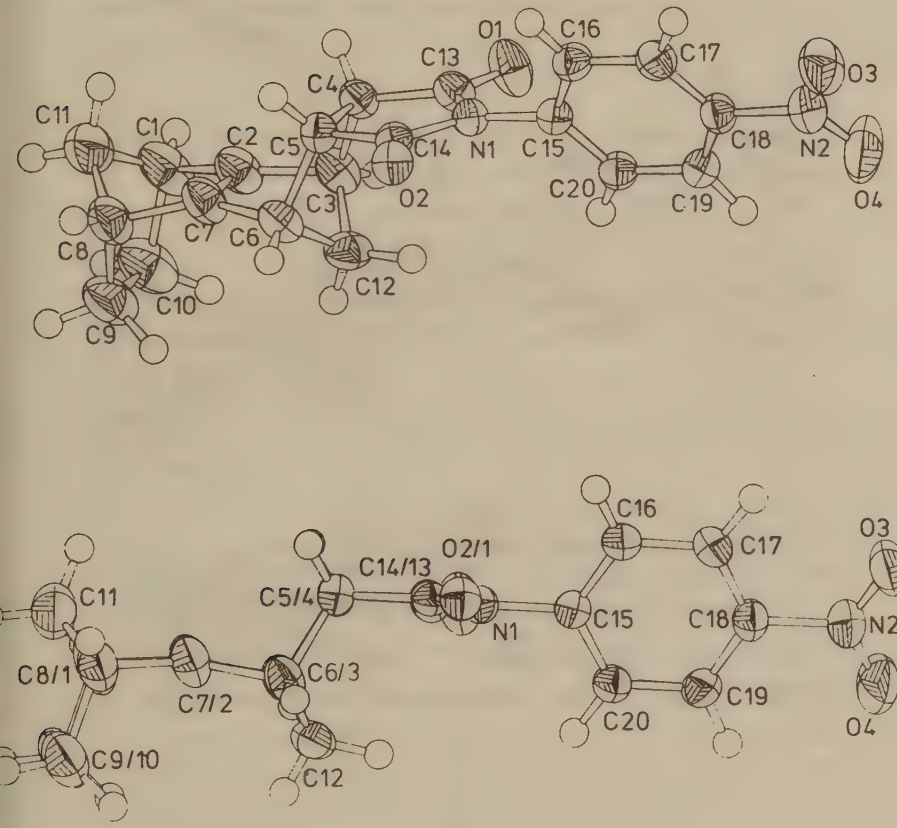
	x	y	z	U_{iso}
H(9en)	891(2)	1096(5)	513(2)	77(10)
H(10)	1013(2)	1035(5)	640(2)	99(11)
H(10en)	926(2)	869(5)	611(2)	115(13)
H(11)	956(2)	1377(4)	681(2)	86(10)
H(11en)	848(2)	1379(5)	717(2)	93(11)
H(12)	646(2)	781(3)	565(1)	26(6)
H(12en)	746(2)	826(3)	551(1)	47(8)
H(16)	332(1)	1043(3)	665(1)	26(6)
H(17)	189(2)	873(3)	644(1)	40(7)
H(19)	331(2)	366(4)	570(1)	44(7)
H(20)	467(1)	544(3)	588(1)	26(6)

anisotrope Temperaturfaktoren ($x10^3$)

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
C(1)	51(1)	181(3)	74(2)	30(2)	-7(1)	-12(2)
C(2)	50(1)	114(2)	71(1)	12(1)	0(1)	-4(1)
C(3)	51(1)	82(1)	73(1)	15(1)	1(1)	7(1)
C(4)	50(1)	73(1)	48(1)	4(1)	-1(1)	-6(1)
C(5)	52(1)	54(1)	58(1)	2(1)	-2(1)	-4(1)
C(6)	51(1)	90(2)	56(1)	14(1)	3(1)	0(1)
C(7)	53(1)	103(2)	74(1)	13(1)	4(1)	-9(1)
C(8)	60(1)	111(2)	82(2)	5(1)	7(1)	-17(1)
C(9)	67(2)	154(3)	87(2)	3(2)	14(1)	-7(2)
C(10)	56(1)	167(3)	115(2)	13(2)	12(1)	12(2)
C(11)	87(2)	147(3)	97(2)	-13(2)	6(2)	-35(2)
C(12)	58(1)	91(2)	67(1)	-15(1)	8(1)	12(1)
C(13)	52(1)	69(1)	52(1)	7(1)	0(1)	0(1)
C(14)	49(1)	44(1)	54(1)	-4(1)	5(1)	3(1)
C(15)	48(1)	48(1)	48(1)	2(1)	-1(1)	0(1)
C(16)	56(1)	52(1)	62(1)	-6(1)	4(1)	2(1)
C(17)	48(1)	68(1)	66(1)	-4(1)	5(1)	1(1)
C(18)	50(1)	61(1)	57(1)	2(1)	1(1)	-10(1)
C(19)	61(1)	51(1)	61(1)	-4(1)	3(1)	-5(1)
C(20)	52(1)	52(1)	58(1)	-2(1)	3(1)	2(1)
N(1)	46(1)	50(1)	51(1)	1(1)	-1(1)	1(1)
N(2)	62(1)	80(1)	88(1)	-1(1)	6(1)	-17(1)
O(1)	71(1)	93(1)	89(1)	44(1)	-12(1)	-11(1)
O(2)	58(1)	53(1)	69(1)	8(1)	-4(1)	7(1)
O(3)	52(1)	108(1)	129(2)	0(1)	4(1)	-10(1)
O(4)	87(1)	85(1)	220(2)	-33(2)	021(2)	-34(1)

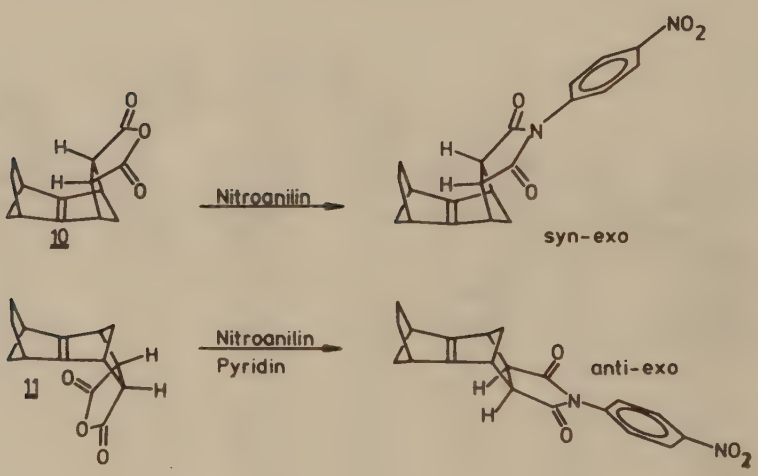
Abb. 9

Graphische Ansicht von TCDCI.
Die Ellipsoide entsprechen 35% atomarer Aufenthaltswahrscheinlichkeit; die Schwingungsamplituden der H-Atome sind nicht maßstäblich. Eine Projektion entlang der zentralen Doppelbindung bietet die untere Ansicht (vergl. auch Abb. 6).



und Mitarbeitern [34] erbracht. Die Autoren konnten die beiden Reaktionsprodukte aufgrund von Röntgenstrukturanalysen als Anhydrid 10 und 11 (Abb. 10, vergl. aber auch Abb. 4) identifizieren.

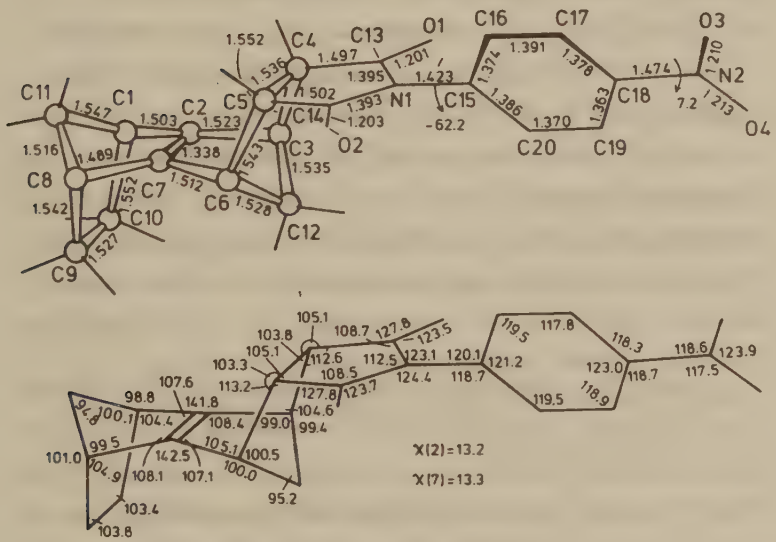
Abb. 10



Die Bildung von TCDCI (anti-exo) erfolgt dann möglicherweise über eine basenkatalysierte Äquilibrierung und Reaktion von 11 mit 4-Nitroanilin (Abb. 10). Die Reaktion von 10 mit 4-Nitroanilin liefert ausschließlich die syn-exo-Verbindung.

Abb. 11

Molekulare Geometrieparameter von TCDCI.
Bindungslängen (Å) und mittlere Verdrillungen (Grad) des Imidfünfrings bzw. der Nitrogruppe bezogen auf den Aromaten. Bindungswinkel und oop-bending-Parameter (jeweils in Grad). Die geschätzten mittleren Standardabweichungen für Bindungslängen betragen 0.003-0.005 Å, diejenigen für Winkel, Torsionswinkel und X-Parameter belaufen sich auf 0.2-0.3°.



Die molekularen Geometrieparameter von TCDCI nach Abschluß der Strukturverfeinerung kommen in Abbildung 11 zur Darstellung. Diese lassen keine nennenswerten Fehlordnungseffekte erkennen. Im Kristall besitzt das tetracyclische Gerüst in guter Näherung C_s-Symmetrie. Die maximale Abweichung der dann als äquivalent anzusehenden Bindungslängen beträgt 0.014 Å, bei einer geschätzten mittleren Standardabweichung der Bindungslängen von 0.004 Å. Die Bindungswinkel stimmen ebenfalls gut mit der C_s-Symmetrie überein (Abb. 11).

Besonderes Augenmerk kommt der Geometrie der Doppelbindung zu. Diese erfährt eine mittlere oop-bending-Deformation von $13.3(3)^\circ$, wobei die X-Parameter mit $X(2) = 13.2(3)^\circ$ und $X(7) = 13.3(3)^\circ$ praktisch übereinstimmen. Die beiden exocyclischen $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel betragen $141.8(2)^\circ$ und $142.5(2)^\circ$. Der mittlere $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel einer Norborneneinheit wird zu 107.8° ermittelt. Die Doppelbindungslänge ist mit 1.338(4) Å als normal zu bezeichnen. Werden die beiden Norborneneinheiten in TCDCI unabhängig voneinander betrachtet, so ist auch hier hinsichtlich sich entsprechender Geometrieparameter eine gute Übereinstimmung festzustellen. Größere Substituenteneinflüsse sind nicht auszumachen.

Entsprechende Torsionswinkel zeigen, daß der Imidfünfring und der Aromat im wesentlichen planar sind. Die beiden Ringe sind um etwa 62° aus der elektronisch günstigen koplanaren Anordnung gedreht. Diese Tatsache ist wahrschein-

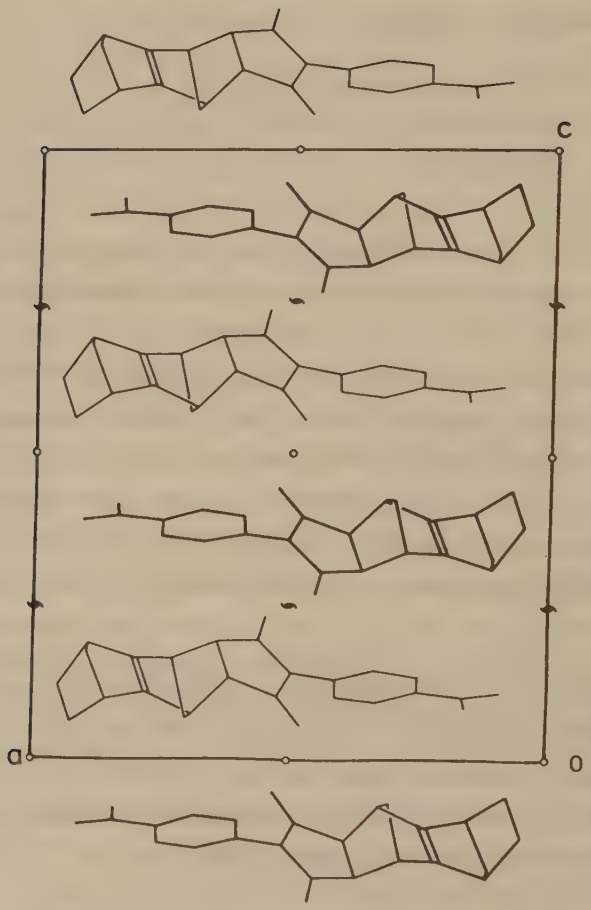
lich die Folge abstoßender Wechselwirkungen zwischen H(16) und O(2) sowie H(20) und O(1). Diese nichtbindenden Abstände betragen 3.01(4) Å und 2.99(4) Å. In den Kristallen von TCCE wurden ähnliche Effekte beobachtet (Abschnitt 2.2.1). Die Verdrillung zwischen der Ebene des Aromaten und der der Estergruppe beträgt in TCCE ca. 61°.

Der C(17)-C(18)-C(19)-Winkel resultiert zu 123.0(2)°. Auf eine Winkelaufweitung am Aromaten als Folge elektronenziehender Substituenten wurde in Abschnitt 2.2.1 hingewiesen. Der C(16)-C(15)-C(20)-Winkel von 121.2(2)° läßt vermuten, daß der elektronische Einfluß eines Dicarbonsäureimids auf das aromatische System gering ist. Diese Tatsache kommt möglicherweise auch in den unterschiedlichen Bindungslängen zwischen den Substituenten und dem Aromaten zum Ausdruck (N(1)-C(15): 1.423(3) Å; N(2)-C(18): 1.474(3) Å). Aufgrund des σ-Effekts (Erhöhung des p-Charakters in dem bindenden Hybridorbital zum Substituenten [41]) sollte die Bindungslänge zu dem Substituenten mit stärker elektronenziehendem Charakter größer sein als die der weniger elektronenziehenden Gruppe.

Abbildung 12 ist die Anordnung der Moleküle im Kristall zu entnehmen. Die Packung ist durch parallel zur ab-Ebene angeordneten Schichten gekennzeichnet. Intermolekulare Abstände unter 3 Å sind in Tabelle 6 aufgeführt. Besonders kurze intermolekulare Abstände treten nicht auf.

Abb. 12

Kristallpackung von TCDCI mit Ansicht entlang der negativen b-Achse.



Tab. 6

Intermolekulare Abstände unter 3 Å;
geschätzte Standardabweichung 0.02-0.06 Å.

(x, y, z)	(1-x, 1-y, 1-z)	
H(19)	... H(12)	2.61
O(4)	... H(12en)	2.94
H(19)	... H(12en)	2.72
(x, y, z)	(1-x, -0.5+y, 1.5-z)	
O(3)	... H(10)	2.77
C(19)	... H(4)	2.93
C(20)	... H(4)	2.95
H(17)	... H(11en)	2.54
(x, y, z)	(1-x, 2-y, 1-z)	
C(15)	... H(6)	2.91
C(16)	... H(6)	3.00
C(19)	... H(6)	2.94
C(20)	... H(6)	2.87
O(3)	... H(9en)	3.00
H(17)	... H(9en)	3.00
O(2)	... H(12)	2.79

2.3 Vergleich der berechneten und experimentell bestimmten Geometrie von syn- und anti-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en 1 und 2

Die experimentellen Strukturuntersuchungen an syn- und anti-Tetracyclododecen (TCCE, TCDCI) liefern für das anti-Isomere TCDCI eine signifikante Abknickdeformation der Doppelbindung (Abschnitt 2.2.3). Die syn-Verbindung TCCE scheint ebenfalls oop-deformiert (Abschnitt 2.2.1), wobei von den beiden Möglichkeiten einer Faltung (Abschnitt 2.1) die endo-endo Anordnung gegenüber der exo-exo-Konformation bevorzugt ist. Gleichwohl sind für TCCE, aufgrund einer partiellen Fehlordnung im Bereich des Kohlenwasserstoffrests, die aus der Strukturverfeinerung erhaltenen Geometrieparameter nur mit Vorbehalt zu diskutieren (Abschnitt 2.2.1). Unlängst aus stereochemischen Gesichtspunkten vorgenommene weitere Röntgenstrukturanalysen bestätigen indes das Bild einer endo-endo-out-of-plane-bending deformierten Doppelbindung in substituierten syn-Tetracyclododecen-Verbindungen (Tab. 7). Die aus Röntgenstrukturuntersuchungen bis dato ermittelten Geometrieparameter der Doppelbindung von syn- und anti-Tetracyclododecen 1 und 2 bzw. strukturell ähnlicher Verbindungen sind in Tabelle 7 zusammengefaßt und den Ergebnissen von Kraftfeldrechnungen (Abschnitt 2.1) gegenübergestellt.

Unterschiede zwischen Rechnung und Experiment treten hinsichtlich der Abknickparameter (X-Parameter) auf. Die oop-bending-Deformation wird dabei in den Rechnungen übertrieben (Tab. 7). Auf eine mögliche Übertreibung dieser Effekte wurde allerdings hingewiesen [3]. Aus den Röntgenstruktur-

untersuchungen an dem Phenylsulfon 24 und dem Anhydrid 10 resultieren X-Werte von 18.0° bzw. 16.4°, die mit der gemittelten Abknickung von 16.0° in TCCE gut übereinstimmen. Die oop-bending-Deformation der Doppelbindung in der zu 10 oxa-analogen Verbindung 25 wurde zu 16.8° ermittelt (Tab. 7). (Für die Verbindungen 10, 11, 24 und 25 wurde der interplanare Winkel zwischen den beiden $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Ebenen als Parameter für die Nichtplanarität der Doppelbindung veröffentlicht [34], [35]. Es ist zu beachten, daß hier aber die in Abschnitt 2.1 definierten X-Parameter verwendet werden.)

Aus Kraftfeldrechnungen resultiert für 1 in der endo-endo-Minimumkonformation eine Faltung der Doppelbindung von 26.2°. Im anti-Isomeren 2 fällt bei einem berechneten X-Wert von 35.6° gegenüber einer experimentell ermittelten Abknickung von 13.3° in TCDCI bzw. einer praktisch planaren Doppelbindung in Verbindung 11 der Unterschied deutlicher aus. Weil nicht symmetrieunabhängig, sind Unterschiede zwischen berechneten und beobachteten Abknickparametern gekoppelt mit Differenzen zwischen rechnerisch und experimentell bestimmten Bindungswinkeln an der Doppelbindung. D.h., aufgrund des in den CFF-Rechnungen übertriebenen Abknickvorgangs werden dann die exocyclischen $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel gegenüber dem experimentellen Wert zwangsläufig zu klein sein. Allerdings sind zu klein

berechnete exocyclische Winkel nicht nur als Folge fehlerhafter X-Parameter zu sehen, sondern müssen auch für die Übergangsgeometrie ($\chi \approx 0^{o}$) festgestellt werden. So läßt die Abschätzung bei in etwa planar angeordneter Doppelbindung ($\chi \approx 0^{o}$) unter Berücksichtigung eines mittleren $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkels der Norborneneinheiten von ca. 108.0^{o} (Tab. 7) einen $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel von 144.0^{o} erwarten (vergl. dazu die Geometrieparameter von Verbindung 11). Der entsprechende exocyclische Winkel berechnet sich in den Übergangsgeometrien um etwa 3.5^{o} zu klein.

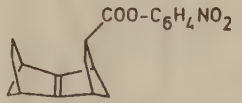
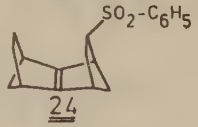
Tab. 7

Gegenüberstellung der berechneten (Tab. 7a) und experimentell gefundenen (Tab. 7b) Doppelbindungsparameter in syn- und anti-Tetracyclododecen. Bindungslängen in Å; die Bindungswinkel (Grad) und oop-bending Parameter (Grad) sind gemittelt; in den mittleren $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel von 25 gehen nur die Werte des Norbornenfragments ein. Geschätzte mittlere Standardabweichungen belaufen sich in Bindungslängen auf 0.003-0.006 Å und in den Winkeln sowie χ-Parametern auf $0.3\text{-}0.5^{o}$. Für die Geometrieparameter von TCCE sind systematische Fehler in Rechnung zu stellen (teilweise fehlgeordnet).

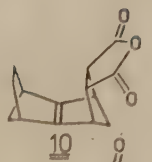
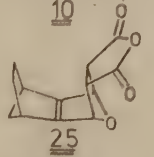
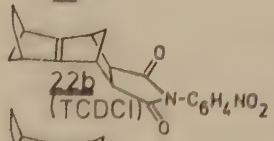
Tab. 7a

	$C(sp^3)-C(sp^2)-C(sp^3)$	$C(sp^2)-C(sp^2)-C(sp^3)$	$C(sp^2)-C(sp^2)$	X	Lit.
1 endo-endo	134.9	108.5	1.358	26.2	3
1 exo-exo	128.8	107.1	1.374	38.7	3
2 endo-exo	130.4	107.6	1.369	35.6	3

Tab. 7b

 17 (TCCE)	138.2	109.4	(1.262)	16.0	diese Arbeit
 24	139.8	108.1	1.330	18.0	34

Tab. 7b (Fortsetzung)

	$C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$	$C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$	$C(sp^2)$-$C(sp^2)$	X	Lit.
 10	140.1	108.2	1.332	16.4	34
 25	142.1	108.0	1.335	16.8	35
 22b (TCDCI)	142.2	107.8	1.338	13.3	diese Arbeit
11	143.8	108.1	1.326	1.4	34

Die Ursache für die Überbetonung der oop-bending Deformation in den Rechnungen dürfte an den Deformationspotentialen der exocyclischen $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel liegen. Diese sind scheinbar zu hart. Auf die relativ große Unsicherheit der entsprechenden Konstante, die sich in einer hohen Standardabweichung aus dem Kraftfeld-Optimierungsprozeß äußert, wurde hingewiesen [3]. Da die exocyclischen Winkel Werte einnehmen, die um etwa 25° von der entsprechenden Referenzgeometrie abweichen, stellt sich die Frage, ob quadratische (harmonische) Potentialausdrücke zur Beschreibung von solchen Winkeldehnungen noch ausreichen. Das Fehlen eines Anharmonizitätsterms könnte dann eine weitere Fehlerquelle darstellen [3]. So ist möglicherweise die Energie für mehr planare Doppelbindungen günstiger, wenn ein entsprechender Anharmonizitätsterm (dieser sollte einen negativen Energiebeitrag liefern) Berücksichtigung fände [3]. Strukturuntersuchungen an Molekülen mit stark aufgeweiteten $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkeln [43] und $C(sp^3)$-$C(sp^3)$-$C(sp^3)$-Winkeln [3], [30], [44], die bis zu ca. 20° über dem entsprechenden Referenzwinkel liegen, lassen allerdings kaum Zweifel an der Brauchbarkeit quadratischer Potentiale.

In den experimentellen Strukturuntersuchungen an syn-Tetracyclododecen 1 kommt zum Ausdruck, daß die endo-endo-Minimumkonformation gegenüber der exo-exo-Form thermodynamisch begünstigt ist. In den Rechnungen ist die exo-exo-Konformation dagegen um ca. 2 kcal mol^{-1} stabiler. Vermutlich ist dieser Widerspruch ebenfalls auf die übertriebene Abknick-

deformation zurückzuführen. So sollten bei einer reduzierten Faltung der Doppelbindung auf Werte, die der Realität entsprechen ($\chi \approx 17^{o}$), die berechneten Minima energetisch sehr ähnlich sein. Möglicherweise ist die endo-endo-Konformation von 1 dann sogar stabiler. So wurde darauf hingewiesen (Abschnitt 2.1), daß der in den Rechnungen energetisch günstige Abknickmechanismus im endo-endo-Minimum von 1 durch nichtbindende H...H-Abstoßungen begrenzt ist. Wurde diese Einschränkung umgangen (Ersatz einer CH_2-CH_2-Brücke durch eine Doppelbindung), so war dann in der Tat die endo-endo-Form in der Rechnung energetisch günstiger als die exo-exo-Konformation (Abschnitt 2.1).

Bartlett und Mitarbeiter [34] sowie kürzlich auch Vogel et al. [35] führen die Nichtplanarität der Doppelbindung in den Kristallstrukturen der syn-tetracyclischen Verbindungen 10, 24, 25 (Tab. 7) im wesentlichen auf sterische Effekte zurück. Infolge einer asymmetrischen Ausdehnung der π-Orbitale mit größerer Elektronendichte in der exo-Region der Doppelbindung (wie für Norbornen vorgeschlagen [45]) sollen dann abstoßende Wechselwirkungen zwischen der exo-ständigen Elektronenwolke und den Bindungen zu den Methylenbrükken der Grund für die Abknickung sein (σ-π-Abstoßungen [34], [35]). Für anti-Tetracyclododecen (2) wird erwartet, daß sich die Effekte kompensieren und die Doppelbindung folglich planar ist.

Die beobachtete oop-bending-Deformation von 13.3^{o} in der anti-Tetracyclododecen-Verbindung TCDCI steht in Wider-

spruch zu dem Konzept von σ-π-Abstoßungen. Andererseits wird für das Anhydrid 11, das ebenfalls ein anti-Tetracyclododecen-Gerüst aufweist, eine nahezu planare Doppelbindungsanordnung gefunden (Tab. 7). Möglicherweise ist die planare Doppelbindung in 11 auf attraktive intramolekulare Wechselwirkungen zwischen dem Anhydridring und der benachbarten Methylenbrücke zurückzuführen.

Es sei darauf hingewiesen, daß für syn-Tetracyclododecen 1 im elektronisch angeregten Zustand offenbar die exo-exo-Minimumskonformation günstiger ist [46]. Diese Tatsache wurde aus der Beobachtung abgeleitet, daß in photochemischen Additionsreaktionen der Angriff bevorzugt von der endo-Seite der Doppelbindung erfolgt, die in dieser Konformation weniger stark abgeschirmt sein sollte [46]. In thermischen Reaktionen werden dagegen ausschließlich Anlagerungen von der exo-Seite der Doppelbindung beobachtet [33]. Nach Extended Hückel Rechnungen beträgt die oop-bending Deformation für Verbindung 1 im ersten elektronisch angeregten Zustand 30° [47].

3. Struktur von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan (7)

Im zweiten Teil der Arbeit wird über die Untersuchungen zur Struktur von Pentacyclododecan 7 berichtet. Zunächst werden die an anderer Stelle bereits beschriebenen Ergebnisse von Kraftfeldrechnungen [3] zusammengefaßt. Die experimentellen Untersuchungen beinhalten die Durchführung zweier Röntgenstrukturanalysen von Pentacyclododecan-Derivaten. Anschließend erfolgt der Vergleich mit den Ergebnissen von Kraftfeldrechnungen.

3.1 Ergebnisse von Kraftfeldrechnungen

In Abbildung 13a sind die berechneten Geometrieparameter und einige Energiegrößen von Verbindung 7 zusammengefaßt. Die abstoßenden Wechselwirkungen der inneren (endo-ständigen) H-Atome haben wie erwartet (Abschnitt 1) C-C-C-Winkelaufweitungen zur Folge. Die größte Dehnung erfährt mit berechneten 121.2° der zentrale C(1)-C(2)-C(3)-Winkel. Dieser Winkel ist relativ weit von den sich abstoßenden Methylenbrücken entfernt. Winkeldehnungen sind hierfür günstig, da sie eine besonders starke Abnahme der H...H-Wechselwirkungen zur Folge haben [3]. Aus den Rechnungen resultiert der H...H-Abstand zu 1.887 Å. Von Interesse ist auch der nichtbindende C(4)...C(10)-Abstand. Dieser errechnet sich zu 2.797 Å.

Der kurze transannulare H...H-Abstand hat nicht nur strukturelle Besonderheiten zur Folge, sondern zeigt auch deut-

Abb. 13

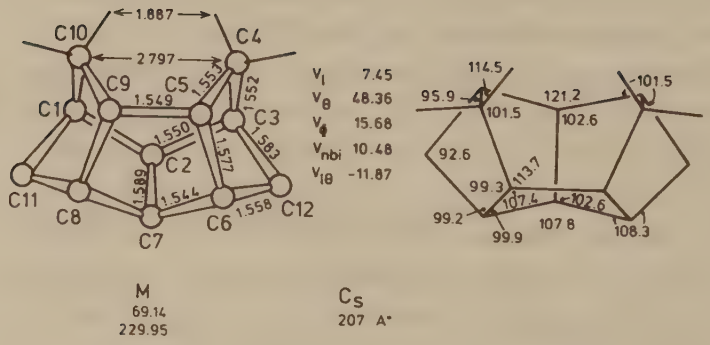
Ergebnisse von Kraftfeldrechnungen [3] für den Pentacyclus 7.

a) In den Diagrammen sind Bindungslängen (Å) und charakteristische nichtbindende Abstände (Å) sowie Winkel (Grad) angegeben. Unter dem mit Atombezeichnungen versehenen Diagramm ist die berechnete potentielle Energie V_{tot} und die Gesamtenthalpie H_{tot} aufgeführt. Ferner kommen die berechnete Bindungslängenspannung V_l, Winkelspannung V_θ, Torsionsspannung V_ϕ, Spannung von nichtbindenden Wechselwirkungen V_{nbi} und der Energiebeitrag von stretch-bend-Kreuztermen $V_{l\theta}$ zur Darstellung (jeweils kcal Mol^{-1}). Unter dem Symmetriesymbol ist die niedrigste berechnete Schwingungsfrequenz ω_{min} (cm^{-1}) angegeben.

b) berechnete höchste CH-Streckschwingungsfrequenz ν_{CH} und CH_2-Winkeldeformationsfrequenz δ_{CH_2} (cm^{-1}). Diese Schwingungen beinhalten Deformationen der sich abstoßenden Methylenbrücken. Die Darstellung der Verschiebungen entlang den Normalkoordinaten ist schematisch. Bedeutung der Symbole: ↔ Bindungsdehnungen, →← Bindungsstauchungen, ↶↷ Winkeldehnungen

Abb. 13

a)



M
69.14
229.95

C_S
207 A°

b)

ν_{CH} : 2964

δ_{CH_2} : 1741

liche Auswirkungen auf die berechneten Schwingungsfrequenzen [3]. Die höchste Frequenz beläuft sich in der Rechnung auf 2964 cm^{-1}. Es handelt sich hierbei um die antisymmetrischen C-H-Streckschwingungen (ν_{CH}) der sich abstoßenden Methylenbrücken. Die Änderung der inneren H-Abstände verläuft gleichphasig (symmetrisch bezüglich der molekularen Spiegelebene). Entlang der entsprechenden Normalkoordinate wird der ohnehin schon kurze H...H-Abstand weiter stark komprimiert (vergl. die schematische Darstellung in Abb. 13b). Die höchste Frequenz für CH_2-Winkeldeformationsschwingungen (δ_{CH_2}) errechnet sich zu beachtlichen 1741 cm^{-1}. Die Normalkoordinate dieser Schwingung ist durch eine gleichphasige Deformation der H-C-H-Winkel der Methylengruppen an C(4) und C(10) charakterisiert (Abb. 13b). Dadurch wird der Abstand der inneren H-Atome stark verkürzt. In den bezüglich der Spiegelebene antisymmetrischen CH_2-Deformationsschwingungen dieser Methylengruppen sollte sich der H...H-Abstand kaum verändern. Die Frequenz ist mit berechneten 1503 cm^{-1} erwartungsgemäß erheblich kleiner.

3.2 Experimentelle Ergebnisse

3.2.1 Synthese von Pentacyclo[6.2.1.$1^{3,6}$.$0^{2,7}$.$0^{5,9}$]dodecan-Derivaten und kristallographische Untersuchungen

Der an C(4)-substituierte pentacyclische Alkohol 7a (Abb. 14, [28]) stellt eine geeignete Ausgangsverbindung dar, um zu verschiedenen Derivaten zu gelangen. Der Einfluß eines exo-ständigen Substituenten auf die molekulare Geometrie

des pentacyclischen Gerüsts sollte gering sein. Erhöhte sterische Wechselwirkungen werden durch die Substitution eines inneren (endo-ständigen) H-Atoms durch eine OH-Gruppe, wie in Alkohol 7b (Abb. 14, [27]) realisiert, erwartet. Über die Darstellung der beiden Alkohole 7a und 7b sowie kristallographische Untersuchungen an einigen Derivaten wird im folgenden berichtet.

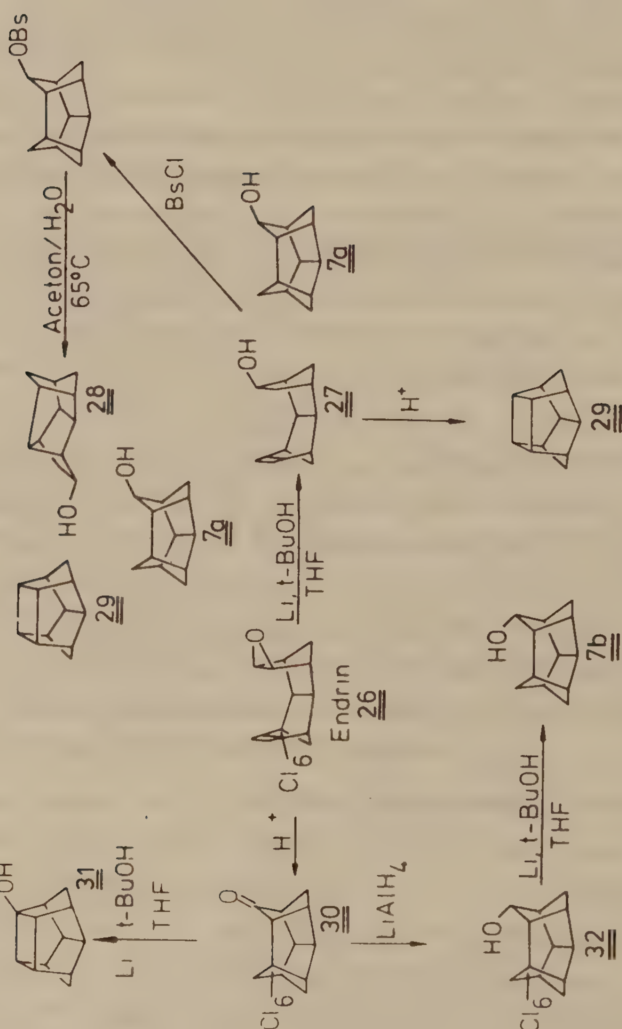
Der Zugang zum pentacyclischen exo-Alkohol 7a verläuft über eine Dechlorierung des Insektizids "Endrin" (3,4,5,6,12,12-Hexachloro-9,10-exo-epoxy-tetracyclo[6.2.1.$1^{3,6}$.$o^{2,7}$]dodecen-4 (26)) [48] nach der von Winstein [25] entwickelten Methode (Abb. 14). Aus dem Produktengemisch wurden Verbindung 27 und 7a isoliert und mit Bromphenylsulfonsäurechlorid umgesetzt, wobei Verbindung 27 eine Umlagerung in das entsprechende pentacyclische Derivat erfährt [26] (Abb. 14). Aus der Hydrolyse des Brosylesters in wässrigem Aceton bei 65°C resultierten die Alkohole 7a und 28 sowie der bird-cage-Kohlenwasserstoff 29 [28]. Durch fraktionierte Kristallisation aus n-Pentan konnte der gewünschte exo-Alkohol 7a erhalten werden.

Zur Darstellung des zu 7a epimeren pentacyclischen Alkohols 7b wurde wiederum von Verbindung 26 (Endrin) ausgegangen. Die säurekatalysierte Skelettumlagerung führte dann zum Keton 30 [49] (Abb. 14). Die sich anschließende Chlorabspaltung lieferte indes nicht die pentacyclische Verbindung, sondern führte über eine C-C-Verknüpfung zum bird-cage - Alkohol 31. (Unlängst wurde über die Umlagerung eines Homo-

logen von Keton 30 mit Base (Pyridin) zum entsprechenden homologen bird-cage-Alkohol berichtet [50].) Die Reduktion von Keton 30 liefert den hexachlorierten endo-Alkohol 32, an dem die übliche Chlorabspaltung zum Endprodukt 7b vollzogen werden konnte (Abb. 14).

Die von den epimeren Alkoholen 7a und 7b synthetisierten und kristallographisch untersuchten Derivate sind in Tabelle 8 aufgeführt. (Die Darstellung der diversen Ester erfolgte nach den üblichen Verfahren.) Die Raumgruppe für das N-(1)-Naphthylcarbamat des endo-ständigen Alkohols 7b (Tab. 8b) ist anhand der systematischen Auslöschungen nicht eindeutig bestimmbar (Cc oder C2/c). Eine geordnete Struktur ist jedoch mit vier Molekülen in der Elementarzelle nur für die Raumgruppe Cc möglich. Für das Dinitrobenzoat und Phthalat des Alkohols 7b (Tab. 8b) ist ein starker Abfall der Röntgenintensitäten mit steigendem Beugungswinkel zu beobachten, was auf Fehlordnungseffekte schließen läßt. Gleiches gilt für das N-Phenylcarbamat von 7a (Tab. 8a). Brauchbar für eine Kristallstrukturanalyse scheinen die Kristalle des Phthalats von dem exo-ständigen Alkohol 7a. Eine vergleichbare Temperaturbewegung wird für das N-(1)-Naphthylcarbamat von 7a beobachtet.

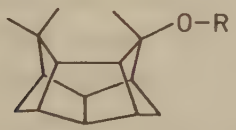
Abb. 14

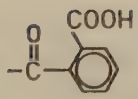

OBs
Aceton/H2O
65°C
BsCl
OH
7a
HO
28
29
27
H+
Li, t-BuOH
THF
Cl6
Endrin
26
31
Li
t-BuOH
THF
30
LiAlH4
32
7b

Tab. 8

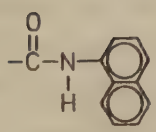
Kristallographisch untersuchte Derivate der isomeren half-cage Alkohole 7a (Tab. 8a) und 7b (Tab. 8b). Die Zellparameter leiten sich aus Präzessionsaufnahmen ab, mit Kantenlängen in Å, monoklinen Winkeln in Grad, Zellvolumina in $Å^3$ und berechneten sowie gemessenen Dichten in gcm^{-3}. Geschätzte Standardabweichungen belaufen sich auf 0.01-0.02 Å in Kantenlängen und 0.1^{o} in den monoklinen Winkeln.

a)

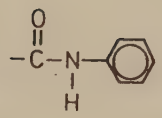




$C_{20}H_{20}O_4$	β = 106.7
$P2_1/c$	V = 1584.9
a = 7.76	Z = 4
b = 11.17	d_x = 1.359
c = 19.09	d_m = 1.36



$C_{23}H_{23}NO_2$	V = 1716.5
$P2_12_12_1$	Z = 4
a = 9.74	d_x = 1.336
b = 11.94	d_m = 1.34
c = 14.76	



$C_{19}H_{21}NO_2$ | $\beta = 95.7$

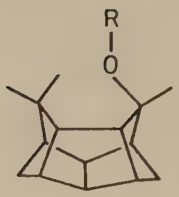
$P2_1/c$ | $V = 1520.8$

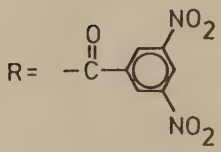
$a = 16.03$ | $Z = 4$

$b = 9.86$ | $d_x = 1.290$

$c = 9.67$ | $d_m = 1.28$

b)





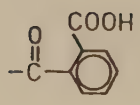
$C_{19}H_{18}N_2O_6$ | $\beta = 94.7$

$P2_1/c$ | $V = 1682.1$

$a = 15.65$ | $Z = 4$

$b = 9.51$ | $d_x = 1.462$

$c = 11.34$ | $d_m = 1.44$



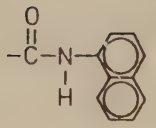
$C_{20}H_{20}O_4$ | $\beta = 97.8$

$P2_1/n$ | $V = 1592.7$

$a = 11.14$ | $Z = 4$

$b = 18.69$ | $d_x = 1.352$

$c = 7.72$ | $d_m = 1.34$



$C_{23}H_{23}NO_2$ | $\beta = 90.2$

Cc (oder C2/c) | $V = 1780.8$

$a = 18.69$ | $Z = 4$

$b = 11.17$ | $d_x = 1.288$

$c = 8.53$ | $d_m = 1.28$

3.2.2 Röntgenstrukturanalyse von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecyl-4-exo-hydrogenphthalat (PCPHTH)

PCPHTH kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit vier Molekülen in der Elementarzelle. Die Messung der Röntgenintensitäten erfolgte auf einem Synthex Vierkreisdiffraktometer [42] (vergl. Abschnitt 2.3.3). Die aus den Winkeln von 25 Reflexen in einer Ausgleichsrechnung erhaltenen Zellparameter sind Tabelle 9 zu entnehmen. Wieder mußte während der Messung ein Absinken der Intensitäten anhand von drei Monitorreflexen (alle 47 Reflexe gemessen) um ca. 10% festgestellt werden (siehe Abschnitt 2.2.3), dessen Ursache offenbar auf Mängel am Goniometer zurückzuführen ist. Die Meßdaten wurden mit Hilfe der Monitorreflexe skaliert und nach den üblichen Korrekturen für Lorentz- und Polarisationseffekte zu Strukturamplituden verarbeitet. Auf eine Absorptionskorrektur wurde verzichtet (μ_λ = 1.01 cm^{-1}). Von den vermessenen 4138 Reflexen sind 4012 (N_{tot}) symmetrieunabhängig. Gemäß $F_{obs} \geq 3\sigma(F)$ werden 2397 Reflexe als beobachtet (N_{obs}) angesehen und für die Rechnungen zur Struktur verwendet. Die Lösung der Struktur gelang durch Anwendung direkter Methoden. Einer E-Fourier-Synthese mit den Phasen von 251 Reflexen, deren E-Werte größer als 1.7 waren, konnten alle Nicht-Wasserstoffatomlagen entnommen werden. Die Verfeinerung erfolgte wie für TCCE (Abschnitt 2.2.1), wobei allerdings die H-Atomlagen hier mit allen Reflexen individuell isotrop verfeinert wurden. Der R-Wert

konvergierte gegen 0.100. Die nach Abschluß der Verfeinerung erhaltenen Strukturparameter sind in Tab. 10 aufgeführt.

Tab. 9

Formel	$C_{20}H_{20}O_4$
MG	324.38
Schmp. [°C]	205
a [Å]	7.787(4)
b	11.171(4)
c	19.159(6)
β	106.67(4)
V [Å^3]	1596.6
Raumgruppe; Z	$P2_1/c$; 4
d_x, d_m [gcm^{-3}]	1.349; 1.36
λ [Å]	0.71069(MoKα)
$\sin\theta_{max}/\lambda$ [Å^{-1}]	0.64
N_{tot}; N_{obs}	4012; 2397($F_{obs} \geq 3\sigma(F)$
R-Wert	0.100

$\sigma(I) = (\sigma^2(I_{stat}) + (0.02\ I_{stat})^2)^{1/2}$

Tab. 10

Strukturparameter von PCPHTH mit Standardabweichungen in Einheiten der letzten angegebenen Dezimalen. Die Kristallkoordinaten der Schweratome sind mit 10^4, Koordinaten der H-Atome und isotrope Temperaturfaktoren mit 10^3 multipliziert. Der Ausdruck für die anisotropen Temperaturfaktor-Koeffizienten ist Tab. 2 zu entnehmen.

Atomkoordinaten

	x	y	z	U_{iso}
C(1)	3167(9)	1940(5)	2086(4)	
C(2)	1758(9)	1546(5)	2445(3)	
C(3)	-32(8)	983(5)	1980(3)	
C(4)	339(7)	11(6)	1455(3)	
C(5)	1669(9)	-719(4)	1932(3)	
C(6)	1373(9)	-533(5)	2663(3)	
C(7)	2672(7)	526(5)	2943(2)	
C(8)	4434(7)	359(5)	2751(3)	
C(9)	3809(8)	90(5)	1985(3)	
C(10)	3462(8)	1001(5)	1533(3)	
C(11)	4962(8)	1658(5)	2708(3)	
C(12)	-399(8)	0058(6)	2555(3)	
C(13)	-1440(6)	-1443(4)	623(2)	
C(14)	-3232(5)	-2027(4)	364(2)	
C(15)	-3443(5)	-3101(4)	-24(2)	
C(16)	-5160(6)	-3521(4)	-359(2)	
C(17)	-6634(6)	-2899(5)	-296(3)	
C(18)	-6433(5)	-1853(4)	99(2)	
C(19)	-4729(5)	-1414(4)	426(2)	
C(20)	-1883(6)	-3881(4)	25(2)	
O(1)	-317(4)	-1502(3)	306(2)	
O(2)	-1287(4)	-786(3)	1216(2)	
O(3)	-1943(5)	-4387(3)	-629(2)	
O(4)	-701(5)	-4065(3)	544(2)	
H(1)	294(6)	263(4)	190(3)	97(16)
H(2)	147(7)	224(5)	275(3)	106(18)
H(3)	-90(7)	157(5)	178(3)	119(20)
H(4)	90(6)	74(4)	130(2)	88(15)
H(5)	159(6)	-159(4)	174(2)	82(14)
H(6)	170(9)	-132(6)	300(4)	180(29)
H(7)	291(6)	76(4)	342(2)	88(15)
H(8)	528(6)	-16(4)	310(3)	101(17)

	x	y	z	U_{iso}
H(9)	463(7)	-73(5)	188(3)	110(18)
H(10ex)	463(8)	130(5)	152(3)	137(22)
H(10en)	255(7)	96(5)	101(3)	102(17)
H(11a)	488(8)	205(5)	308(3)	137(2)
H(11b)	598(7)	181(5)	254(3)	107(18)
H(12a)	-148(9)	-55(7)	236(4)	187(29)
H(12b)	-6(9)	83(6)	278(4)	171(27)
H(16)	-523(5)	-424(4)	-62(2)	73(13)
H(17)	-781(5)	-316(3)	-48(2)	54(11)
H(18)	-749(5)	-142(4)	11(2)	61(12)
H(19)	-455(5)	-71(4)	66(2)	62(12)
H(01)	-88(7)	-496(6)	-56(3)	137(22)

anisotrope Temperaturfaktoren ($x10^3$)

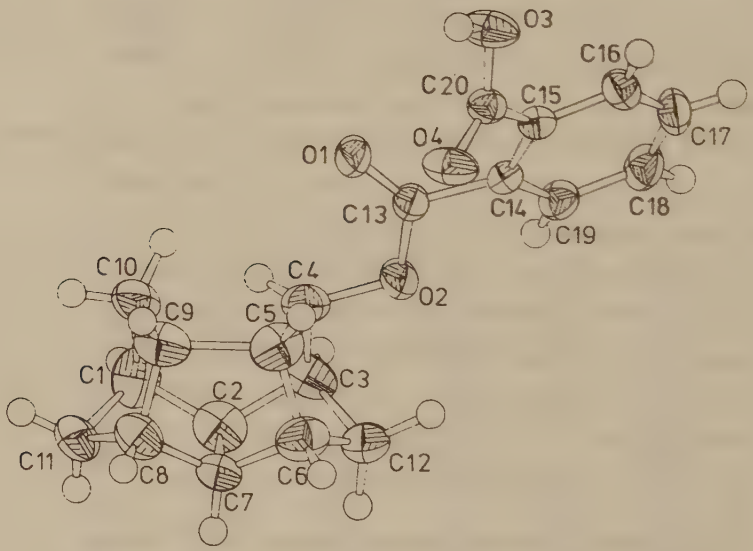
	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
C(1)	113(5)	43(3)	135(6)	23(3)	42(5)	-5(3)
C(2)	106(5)	54(3)	105(4)	-15(3)	30(4)	18(3)
C(3)	90(4)	65(3)	92(4)	-13(3)	-2(3)	17(3)
C(4)	72(3)	100(4)	62(3)	-10(3)	19(3)	5(3)
C(5)	130(5)	41(3)	95(4)	-11(3)	49(4)	-6(3)
C(6)	120(5)	68(4)	76(4)	5(3)	37(4)	-2(4)
C(7)	73(3)	90(4)	48(3)	2(3)	5(2)	-2(3)
C(8)	75(4)	74(4)	77(4)	-1(3)	4(3)	8(3)
C(9)	98(4)	84(4)	74(4)	-5(3)	15(3)	27(3)
C(10)	111(5)	70(4)	65(3)	-1(3)	15(3)	-32(3)
C(11)	96(4)	75(4)	81(4)	-23(3)	16(3)	-32(3)
C(12)	97(5)	108(5)	71(4)	-24(4)	34(3)	-17(4)
C(13)	56(3)	58(3)	56(3)	-14(2)	22(2)	-11(2)
C(14)	48(2)	53(2)	42(2)	-1(2)	19(2)	-3(2)
C(15)	52(2)	51(2)	41(2)	2(2)	14(2)	0(2)
C(16)	56(3)	55(3)	59(3)	0(2)	7(2)	-8(2)
C(17)	41(2)	84(4)	74(3)	11(3)	8(2)	-14(2)
C(18)	47(2)	85(4)	80(3)	6(2)	26(3)	8(2)
C(19)	59(3)	60(3)	63(3)	-6(2)	26(3)	2(2)
C(20)	60(3)	46(2)	45(2)	-2(2)	14(2)	-3(2)
O(1)	58(2)	100(3)	76(2)	-34(2)	35(2)	-22(2)
O(2)	66(2)	105(3)	74(2)	-44(2)	31(2)	-30(2)
O(3)	92(3)	92(3)	55(2)	-17(2)	11(2)	36(2)
O(4)	77(2)	93(3)	52(2)	-8(2)	7(2)	35(2)

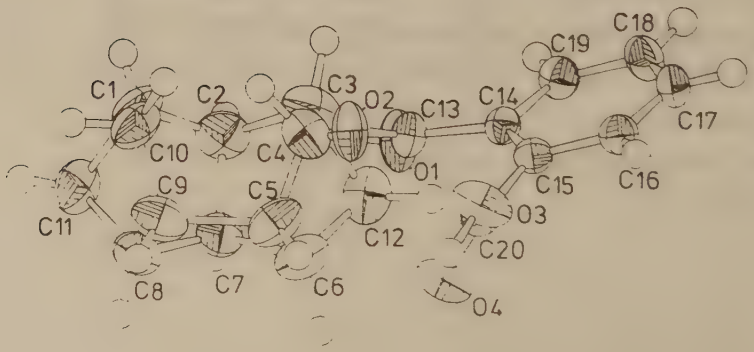
Die Tatsache, daß oberhalb eines Beugungswinkels von etwa 25^{o} (bei Mo-Strahlung) kaum noch Röntgenintensitäten (Reflexe) signifikant beobachtet werden, kommt in den relativ hohen Temperaturfaktoren der pentacyclischen Gerüstkohlenstoffatome zum Ausdruck (letztere sind in Tab. 10 aufgeführt; vergl. auch die Schwingungsellipsoide in der graphischen Darstellung von PCPHTH in Abb. 15). Hingegen zeigen die Atome des Substituenten normales Verhalten hinsichtlich Temperaturbewegung und molekularer Geometrie (Abb. 15 und 16). Die molekularen Geometrieparameter des pentacyclischen Gerüsts insbesondere Bindungslängen (Abb. 16) sind indes fragwürdig. Exzessiv ist diesbezüglich sicherlich die C(5)-C(9)-Bindungslänge mit 1.784 Å. Gleichwohl stellt eine solche Bindungsdehnung prinzipiell einen wirksamen Mechanismus dar, um die sich bedrängenden H-Atome auseinanderzubringen (Abschnitt 1). Auf die unseres Wissens längsten beobachteten $C(sp^3)$-$C(sp^3)$-Bindungen von ca. 1.64 Å sei in diesem Zusammenhang hingewiesen [51], [52].

Aus einer Differenz-Fourier-Synthese ergeben sich Hinweise auf eine teilweise fehlgeordnete Struktur, die möglicherweise auf einer statistischen Verteilung der Enantiomere in den asymmetrischen Einheiten beruht ("enantiomeric disorder" [53]). Das Muster der "gedehnten" C(5)-C(9)-Bindung sowie des "gestauchten" nichtbindenden C(4)...C(10)-Abstands ist durchaus als Folge einer solchen Fehlordnung anzusehen.

Abb. 15

Zwei Molekülansichten von PCPHTH. Die Schwingungsellipsoide beschreiben 35%ige atomare Aufenthaltswahrscheinlichkeit. Die Schwingungsamplituden der H-Atome sind nicht maßstäblich.





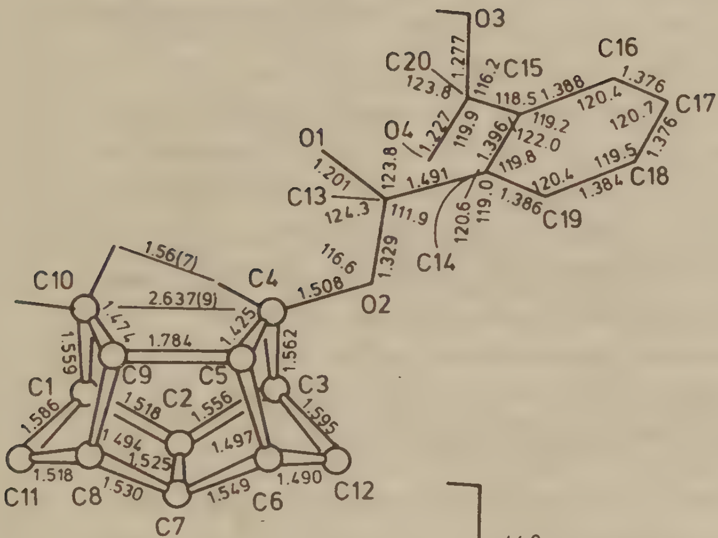
Die unter den gegebenen Umständen relativ gute Übereinstimmung in den Summen aus dem jeweils beobachteten (Abb. 16) und berechneten (Abschnitt 3.1) C(4)...C(10)-Abstand und der C(5)-C(9)-Bindungslänge (beob: 4.42 Å, ber: 4.35 Å) gibt Anlaß zu der Annahme, daß die beobachtete C(5)-C(9)-Bindung in etwa um den Betrag zu lang aus der Verfeinerung resultiert, um den der C(4)...C(10)-Abstand zu kurz ist (additives Verhalten). Unter Berücksichtigung der aus den Kraftfeldrechnungen resultierenden C(5)-C(9)-Bindungslänge (Abschnitt 3.1) läßt sich dann der C(4)...C(10)-Abstand für Pentacyclododecan 7 grob zu 2.87 Å abschätzen. Analog leitet sich der H...H-Abstand dann zu etwa 1.80 Å ab.

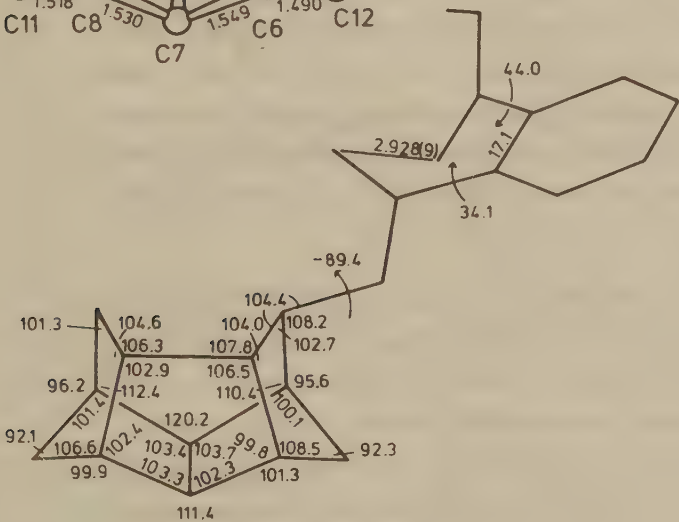
Besonderes Interesse kommt dem zentralen C(1)-C(2)-C(3)-Winkel zu. Dieser ist erwartungsgemäß mit 120.2° (Abb. 16) relativ stark aufgeweitet (vergl. Abschnitt 1 und 3.1). Unter Berücksichtigung der diskutierten Überlagerungserscheinungen infolge eines statistischen Enantiomerengemischs in den asymmetrischen Einheiten kann aber erwartet werden, daß der zentrale Winkel in den Kristallen von PCPHTH eher zu klein, der C(6)-C(7)-C(8)-Winkel hingegen zu groß ist. Gleichwohl sollten die Auswirkungen von Fehlordnungen auf die Bindungswinkel gegenüber Bindungslängen vergleichsweise weniger ausgeprägt sein.

Infolge abstoßender Wechselwirkungen zwischen O(1) und O(4) sind die Ester und Carboxylgruppe um etwa 34° bzw. 44° im Sinn einer Konrotation aus der Ebene des Benzolrings gedreht (Abb. 16). In den Kristallen von Norbornylphthalat [54]

Abb. 16

Molekulare Geometrie von PCPHTH. Bindungslängen (Å), nichtbindende Abstände (Å) und Bindungswinkel (Grad). Die Torsionswinkel im unteren Diagramm bezeichnen die mittlere Anordnung der Ester- bzw. Säuregruppe bezüglich des Aromaten. Angegeben sind weiterhin die C(13)-C(14)-C(15)-C(20)- und C(5)-C(4)-C(2)-C(13)-Torsionswinkel. Die geschätzten mittleren Standardabweichungen belaufen sich auf 0.006-0.009 Å in Bindungslängen und 0.5-0.7° in Winkeln und Torsionswinkeln. Für nichtbindende Abstände ist die Standardabweichung angegeben (in Klammern, in Einheiten der letzten angegebenen Dezimalen). Systematische Fehler (Fehlordnung) sind in Rechnung zu stellen.


O3
C20
C15
C16
C17
C18
C19
C14
O1
O4
C13
O2
C4
C10
C9
C5
C1
C2
C3
C11
C8
C7
C6
C12
1.277
116.2
123.8
1.227
119.9
118.5
1.388
1.376
120.4
120.7
1.376
119.2
122.0
1.396
119.8
119.5
120.4
1.384
1.386
119.0
120.6
1.491
123.8
1.201
124.3
111.9
116.6
1.329
1.508
1.56(7)
2.637(9)
1.474
1.425
1.784
1.559
1.562
1.518
1.556
1.586
1.595
1.494
1.525
1.497
1.518
1.530
1.549
1.490


44.0
17.1
2.928(9)
34.1
-89.4
104.4
101.3
104.6
106.3
104.0
108.2
107.8
102.7
102.9
106.5
96.2
112.4
110.4
95.6
100.1
101.4
120.2
92.1
106.6
102.4
103.4
103.7
99.8
108.5
92.3
99.9
103.3
102.3
101.3
111.4

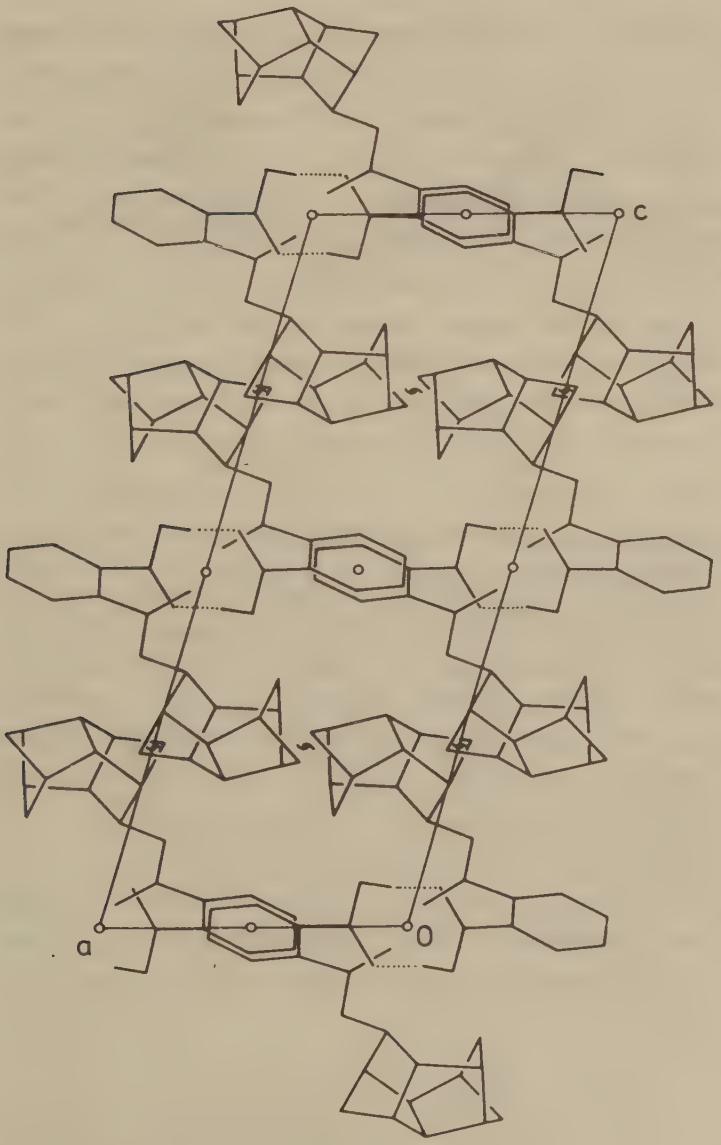
werden mit 51° und 36° vergleichbare Werte gefunden. In Phthalsäure [55] wird ein mittlerer Torsionswinkel von 32° zwischen den Carboxylgruppen und dem Benzolring beobachtet. Ester- und Carboxylkohlenstoffatome in PCPHTH sind deutlich nichtkoplanar mit der Ebene des Aromaten angeordnet, was in dem C(13)-C(14)-C(15)-C(20)-Torsionswinkel von 17.1(7)° zum Ausdruck kommt (Abb. 16). In dem bereits erwähnten Norbornylphthalat [54] bzw. in dem Phthalsäure-halbester von endo-endo-Tetracyclododecanol [30], [55] finden sich entsprechende Torsionswinkel von 6.2(3)° bzw. 12.1(9)°. Möglicherweise sind die Anordnungen auf den Einfluß der Kristallpackung, wie für kristalline Phthalsäure vorgeschlagen wurde [55], zurückzuführen.

Im Kristall bilden die Carboxylgruppen über Wasserstoffbrückenbindungen zentrosymmetrisch verknüpfte Dimere (vergl. [56]); ein weiteres Symmetriezentrum verbindet die Aromaten (Abb. 17). Die Kristallpackung ist dann durch alternierende Schichten von Aromat und Kohlenwasserstoffrest parallel zur ab-Ebene (Abb. 17) charakterisiert.

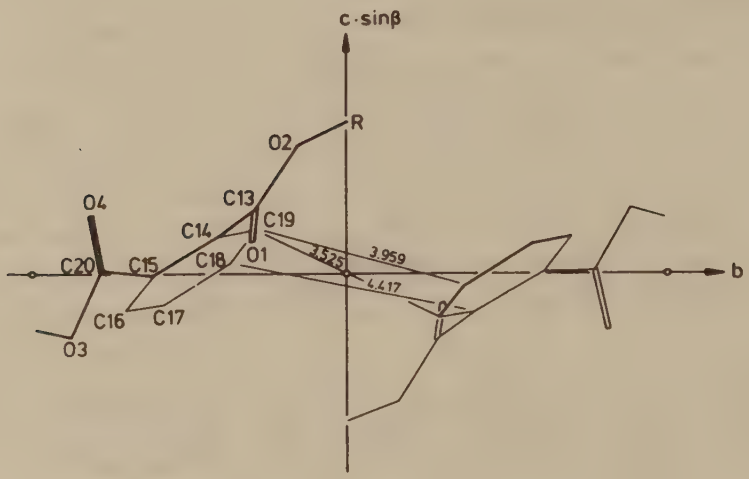
Infolge von Fehlordnungen sind die aus der Kristallstruktur von PCPHTH resultierenden Geometrieparameter im Sinn einer weitergehenden Diskussion kaum brauchbar. Zu dem Zweck, interne Koordinaten (molekulare Geometriegrößen) mit größerer Zuverlässigkeit zu erhalten, unter besonderer Berücksichtigung des nichtbindenden H...H-Abstands, muß erneut eine Kristallstrukturanalyse von einem Pentacyclododecan-Derivat in Angriff genommen werden. Entsprechende

Abb. 17

a) Kristallpackung von PCPHTH



b) kürzeste intermolekulare Abstände zwischen den Aromaten.



Untersuchungen an einigen zu Pentacyclododecan strukturell verwandten Tetracyclododecanderivaten ergeben Hinweise, daß eine nichtzentrosymmetrische Raumgruppe möglicherweise Aussicht auf eine geordnete Struktur bietet [3], [30]. Kristallographische Voruntersuchungen ergeben für das N-(1)-Naphthylcarbamat von Pentacyclododecanol 7a eine nicht zentrosymmetrische chirale Raumgruppe (Abschnitt 3.2.1). D.h., während der Kristallisation dieser Verbindung tritt eine spontane Racematspaltung ein. Eine solche Raumgruppe läßt nun hoffen, eine geordnete Struktur vorzufinden.

3.2.3 Röntgenstrukturanalyse von N-(1)-Naphthyl-pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecyl-4-exo-carbamat (PCNHUR)

PCNHUR kristallisiert in der orthorhombischen, nicht zentrosymmetrischen und chiralen Raumgruppe $P2_12_12_1$ mit vier Molekülen in der Elementarzelle. Die Messung der Röntgenintensitäten erfolgte auf einem Syntex Vierkreisdiffraktometer [42] (vergl. Abschnitt 2.3.3). Die aus den Winkeln von 25 Reflexen in einer Ausgleichsrechnung erhaltenen Zellparameter kommen in Tabelle 11 zur Darstellung. Drei Monitorreflexe (alle 45 Reflexe aufgenommen) zeigten während der Messung keinen signifikanten Intensitätsabfall. Eine Korrektur für Lorentz- und Polarisationseffekte wurde angebracht, auf Absorptionskorrekturen wurde verzichtet (μ_λ = 0.92 cm^{-1}). Von 3440 gemessenen Reflexen sind 2095 symmetrieunabhängig (N_{tot}), wobei 1981 (94.6%) dem Kriterium $F_{obs} \geq 3\sigma(F)$ genügen und für die Rechnungen zur Struktur herangezogen werden. Aus den gemittelten Reflexen läßt sich bei angenommener geordneter Struktur ein abschließender R-Wert von etwa 0.04 abschätzen ($R = \Sigma(I-\langle I\rangle)/\Sigma I$). Die Anwendung statistischer Methoden (direkter Methoden) führte nicht ohne weiteres zum Ziel, was möglicherweise eine Folge größerer zentrosymmetrisch verknüpfte Molekülteile (Naphthylinsystem) darstellt [57]. In die Rechnungen zur Phasenbestimmung gingen 295 Reflexe mit E-Werten größer als 1.3 ein. Eine E-Fourier-Synthese mit den Vorzeichen der 11. wahrscheinlichsten Lösung der direkten Methoden lieferte schließlich Atomlagen des

Naphthalinsystems, die sich im Verlauf weiterer Rechnungen als richtig erwiesen. (Aus entsprechenden Rechnungen mit anderen Lösungen der direkten Methoden wurden wiederholt Atomlagen für das aromatische System abgeleitet, die sich aber im Zuge weiterer Rechnungen als falsch herausstellten.)
Die übrigen Nicht-Wasserstoffatomlagen resultierten aus Differenz-Fourier-Synthesen. Die Strukturverfeinerung erfolgte wie für TCCE (Abschnitt 2.2.1) und konvergierte gegen einen R-Wert von 0.049. Die Strukturparameter (Atomlagen und Temperaturfaktoren sind in Tabelle 12 aufgeführt).

Tab. 11

Formel	$C_{23}H_{23}NO_2$
MG	345.44
Schmp. [°C]	183
a [Å]	9.711(3)
b	11.941(4)
c	14.752(5)
V [Å^3]	1710.6
Raumgruppe; Z	$P2_12_12_1$; 4
d_x; d_m [gcm^{-3}]	1.341; 1.34
λ [Å]	0.71069 (MoKα)
$\sin\Theta_{max}/\lambda$ [Å^{-1}]	0.64
N_{tot}; N_{obs}	2095; 1981 ($F_{obs} \geq 3\sigma(F)$)
R-Wert	0.049

$$\sigma(I) = (\sigma^2(I_{stat}) + (0.02 \cdot I_{stat})^2)^{1/2}$$

Tab. 12

Strukturparameter von PCNHUR mit Standardabweichnungen in Einheiten der letzten angegebenen Dezimalen. Kristallkoordinaten der Schweratome sind mit 10^4, Koordinaten der Wasserstoffatome und isotropen Temperaturfaktoren mit 10^3 multipliziert. Der Ausdruck für die anisotropen Temperaturfaktor-Koeffizienten ist Tab. 2 zu entnehmen.

Atomkoordinaten

	x	y	z	U_{iso}
C(1)	2674(3)	5299(3)	7887(2)	
C(2)	2643(3)	5746(3)	6899(2)	
C(3)	2737(3)	4977(3)	6034(2)	
C(4)	3835(3)	4091(3)	6170(2)	
C(5)	5052(3)	4790(3)	6496(2)	
C(6)	4730(3)	5933(3)	6064(3)	
C(7)	3976(4)	6475(2)	6853(2)	
C(8)	4676(4)	6192(3)	7740(3)	
C(9)	5012(3)	4942(3)	7572(3)	
C(10)	3775(4)	4377(3)	8022(2)	
C(11)	3452(4)	6226(3)	8384(3)	
C(12)	3562(4)	5759(3)	5394(2)	
C(13)	3608(3)	2587(2)	5121(2)	
C(14)	4040(3)	905(2)	4235(2)	
C(15)	3853(3)	105(2)	4877(2)	
C(16)	3621(3)	-1020(3)	4646(3)	
C(17)	3557(3)	-1318(2)	3750(3)	
C(18)	3741(3)	-516(2)	3054(2)	
C(19)	3672(3)	-798(3)	2131(3)	
C(20)	3826(3)	-35(3)	1475(2)	
C(21)	4069(3)	1107(3)	1716(2)	
C(22)	4150(3)	1422(3)	2597(2)	
C(23)	3985(3)	623(2)	3301(2)	
N(1)	4332(2)	2040(2)	4476(2)	
O(1)	2541(2)	2279(2)	5469(2)	
O(2)	4249(2)	3553(1)	5324(1)	
H(1)	182(3)	500(2)	811(2)	59(8)
H(2)	176(3)	617(3)	684(2)	91(11)
H(3)	188(2)	475(2)	577(2)	47(7)
H(4)	356(3)	350(2)	657(2)	56(8)
H(5)	586(3)	448(2)	625(2)	47(7)
H(6)	551(3)	627(3)	580(2)	84(10)
H(7)	378(3)	732(3)	673(2)	87(11)

	x	y	z	U_{iso}
H(8)	548(3)	670(3)	786(2)	85(10)
H(9)	589(3)	473(2)	787(2)	81(10)
H(10ex)	400(3)	429(2)	871(2)	80(10)
H(10en)	355(3)	367(2)	780(2)	72(9)
H(11a)	368(3)	611(3)	911(2)	80(10)
H(11b)	307(3)	699(3)	836(2)	88(11)
H(12a)	384(3)	542(3)	479(2)	82(10)
H(12b)	295(3)	650(3)	525(2)	86(10)
H(15)	385(3)	27(2)	551(2)	64(8)
H(16)	356(3)	-160(2)	510(2)	61(8)
H(17)	345(2)	-206(2)	361(2)	38(6)
H(19)	344(3)	-171(3)	203(2)	82(10)
H(20)	377(3)	-29(2)	81(2)	80(10)
H(21)	420(3)	165(2)	124(2)	80(10)
H(22)	427(2)	218(2)	278(2)	31(6)
H(N1)	511(3)	231(2)	437(2)	49(7)

anisotrope Temperaturfaktoren ($x10^3$)

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
C(1)	44(2)	126(3)	56(2)	-15(2)	7(1)	4(2)
C(2)	46(2)	73(2)	77(2)	-14(2)	-8(2)	12(2)
C(3)	44(2)	73(2)	55(2)	-13(2)	-5(1)	-4(2)
C(4)	58(2)	50(1)	51(2)	-9(1)	2(1)	-6(1)
C(5)	40(1)	71(2)	75(2)	-20(2)	2(1)	1(2)
C(6)	59(2)	66(2)	78(2)	-8(2)	9(2)	-20(2)
C(7)	85(2)	49(2)	75(2)	-14(2)	-11(2)	-1(2)
C(8)	62(2)	71(2)	81(3)	-29(2)	-13(2)	2(2)
C(9)	46(2)	76(2)	80(2)	-13(2)	-15(2)	6(2)
C(10)	75(2)	82(2)	50(2)	-1(2)	0(2)	1(2)
C(11)	80(2)	100(3)	65(2)	-27(2)	-4(2)	18(2)
C(12)	85(2)	66(2)	57(2)	1(2)	-6(2)	-2(2)
C(13)	51(2)	42(1)	47(2)	1(1)	-3(1)	-2(1)
C(14)	42(1)	46(1)	58(2)	-3(1)	-1(1)	0(1)
C(15)	58(2)	56(2)	58(2)	5(1)	-3(2)	0(2)
C(16)	68(2)	56(2)	77(2)	10(2)	8(2)	1(2)
C(17)	60(2)	45(2)	93(3)	-6(2)	4(2)	0(2)
C(18)	39(2)	56(2)	65(2)	-14(2)	0(2)	3(2)
C(19)	46(2)	78(2)	74(2)	-22(2)	-4(2)	0(2)
C(20)	54(2)	95(3)	61(2)	-19(2)	-2(2)	5(2)
C(21)	58(2)	81(2)	62(2)	0(2)	0(2)	7(2)
C(22)	51(2)	60(2)	59(2)	-1(2)	4(2)	6(2)
C(23)	36(2)	53(2)	59(2)	-8(2)	1(2)	4(2)
N(1)	53(1)	44(1)	56(2)	-7(1)	5(1)	-7(1)
O(1)	52(1)	55(1)	72(1)	-5(1)	7(1)	-6(1)
O(2)	66(1)	48(1)	61(1)	-13(1)	13(1)	-13(1)

Abbildung 18 bietet eine graphische Ansicht der Temperaturbewegung in PCNHUR. Die Analyse der Temperaturbewegung des pentacyclischen Gerüsts im Sinne einer Bewegung eines starren Körpermodells [58] aufgrund niederfrequenter interner Schwingungen oder Gitterschwingungen läßt keinen signifikanten Zusammenhang zwischen einer Molekülbewegung und den entsprechenden Temperaturfaktoren erkennen. ($\langle\langle(\Delta U_{i,j})^2\rangle^{1/2} =$ 0.042; $\langle\sigma^2(U_{i,j})\rangle^{1/2} =$ 0.017.)

Die molekularen Geometrieparameter nach Abschluß der Verfeinerung (Abb. 19) wie auch die Temperaturfaktoren (Tab. 12; Abb. 18) lassen keine nennenswerten Fehlordnungseffekte erkennen, was auch durchaus in Einklang mit dem relativ niedrigen Wert des maximalen, nicht Atomen oder Bindungen zuzuordnenden Restelektronendichtemaximums von 0.21e $Å^{-3}$ steht. Dieses liegt etwa inmitten des Halbkäfigs. Der pentacyclische Kohlenwasserstoffrest ist durch drei markante Strukturmerkmale charakterisiert. So liegt in den Kristallen von PCNHUR mit 1.82(4)Å (i) ein sehr kurzer transannularer H...H-Abstand vor (Abb. 19). Der experimentell genauer zugängliche C(4)...C(10)-Abstand beträgt in diesem Zusammenhang 2.754(6)Å. Die nichtbindenden Abstoßungen geben Anlaß zu dem mit (ii) 124.1(3)° stark aufgeweiteten zentralen C(1)-C(2)-C(3)-Winkel und bewirken (iii) eine Dehnung der C(5)-C(9)-Bindung auf 1.598(6)Å (vergl. Abschnitt 3.1). Alle übrigen Bindungslängen und -winkel bewegen sich in dem erwarteten Rahmen (Abb. 19). Die gegenseitige Meidung der Methylenbrücken kommt auch in dem C(3)-C(4)-C(5)-C(6)-Tor-

sionswinkel von -26.6(3)° bzw. dem C(1)-C(10)-C(9)-C(8)-Diederwinkel von 29.2(4)° zum Ausdruck. Das Kohlenstoffgerüst besitzt in den Kristallen näherungsweise C_s-Symmetrie. Die maximale Abweichung der dann als äquivalent anzusehenden Bindungslängen beträgt 0.033 Å. Geringe Substituenteneinflüsse sind in diesem Zusammenhang zu diskutieren, möglicherweise als Folge abstoßender Wechselwirkungen zwischen O(2) und der Methylengruppe an C(12) (Abb. 19). Ein gewisser Anhaltspunkt hierfür ist der um 1.5° größere C(4)-C(3)-C(12)-Winkel gegenüber dem C(10)-C(1)-C(11)-Winkel. Gleichzeitig differieren die C(4)-C(5)-C(9)- und C(5)-C(9)-C(10)-Winkel um 2.7°. Infolge der geometrischen Anordnung ist eine Dehnung des C(4)-C(3)-C(12)-Winkels bei sonst gleichbleibenden Geometriegrößen mit einer Verkleinerung des C(4)-C(5)-C(9)-Winkels verbunden.

Abb. 18

Graphische Ansicht von PCNHUR. Die Schwingungsellipsoide umschließen 35%ige Atomaufenthaltswahrscheinlichkeit. Die Wasserstoffatome sind nicht maßstäblich abgebildet.

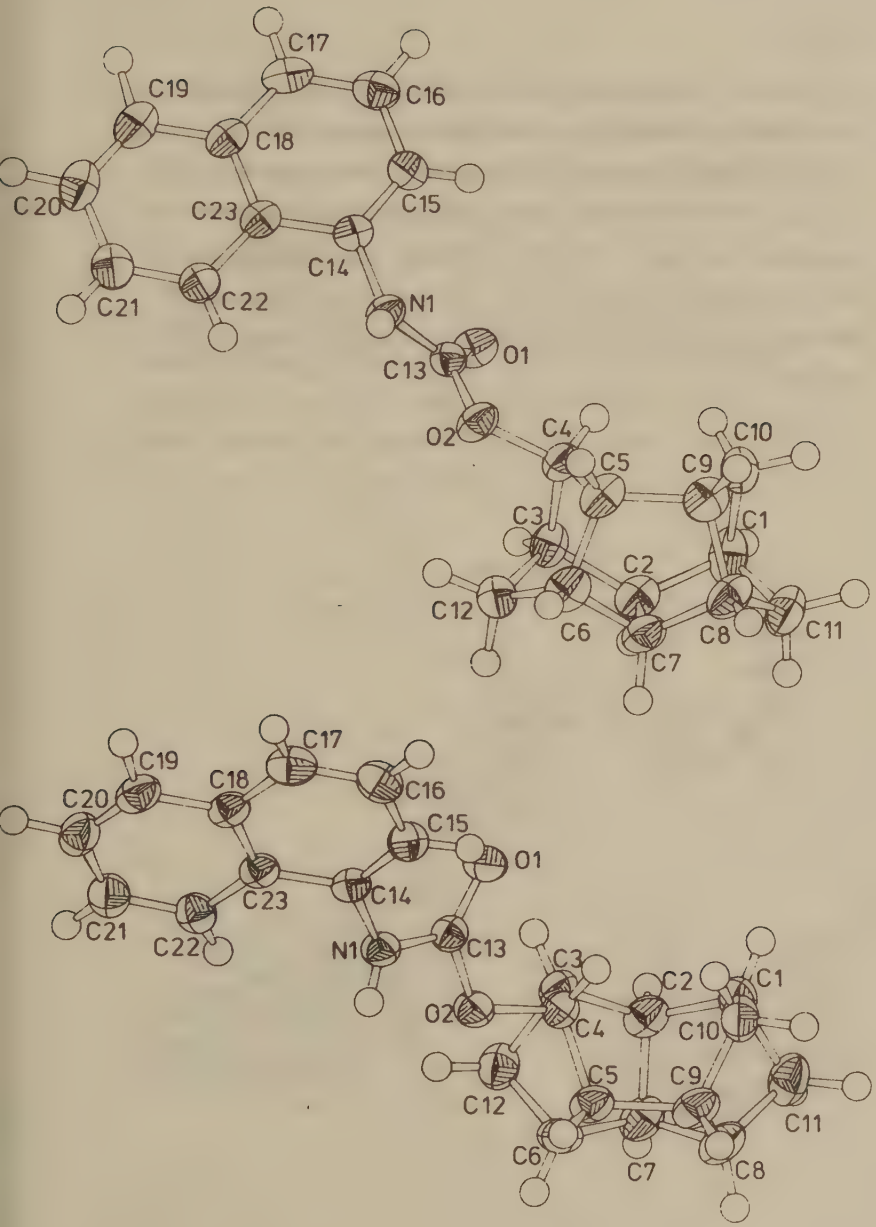

C17
C19
C16
C18
C20
C23
C15
C14
C21
C22
N1
C13
O1
O2
C4
C10
C5
C9
C3
C1
C2
C12
C6
C8
C11
C7
C19
C17
C18
C20
C16
C15
O1
C23
C14
C21
C22
N1
C13
C3
C2
C1
O2
C4
C10
C5
C9
C12
C11
C6
C7
C8

Abb. 19

Zur Darstellung kommen die molekularen Geometrieparameter von PCNHUR. Bindungslängen und nichtbindende Abstände in Å, Bindungswinkel und Torsionswinkel in Grad. Geschätzte mittlere Standardabweichungen betragen 0.004-0.005 Å in Bindungslängen und 0.3-0.4° in Winkeln und Torsionswinkeln. Für nichtbindende Abstände ist die geschätzte Standardabweichung in Einheiten der letzten Dezimalen (eingeklammert) angegeben.

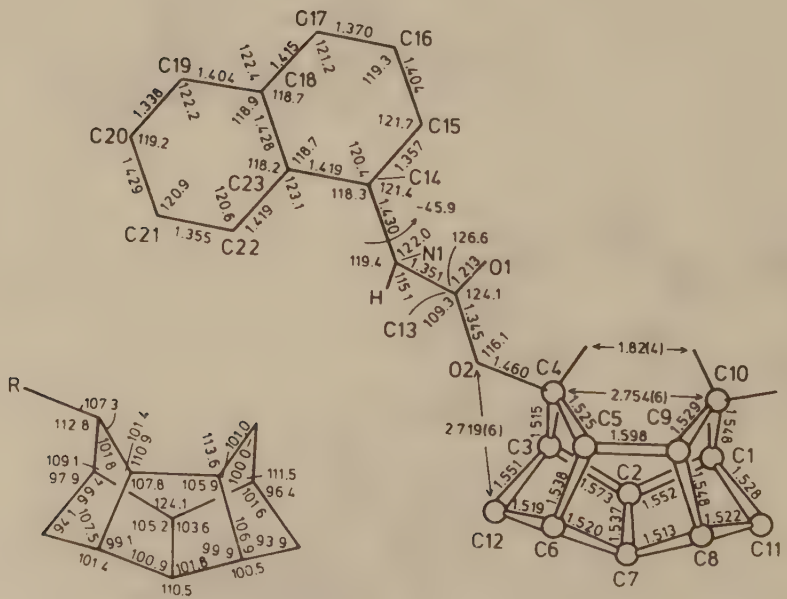


Abb. 20

a) Kristallpackung von PCNHUR mit Ansicht entlang b. Auf die Abbildung der H-Atome wird aus Gründen der Übersichtlichkeit verzichtet. Eine Ausnahme stellt der Amidwasserstoff dar. Die (N)H...O-Brücken sind gekennzeichnet.

b) kürzeste intermolekulare Abstände (Å) entlang der wasserstoffverbrückten Ketten. Die Standardabweichungen schätzen sich auf 0.006 Å, diejenige für die (N)H-O-Bindung ist angegeben (eingeklammert, in Einheiten der letzten Dezimalen).

Abb. 20a

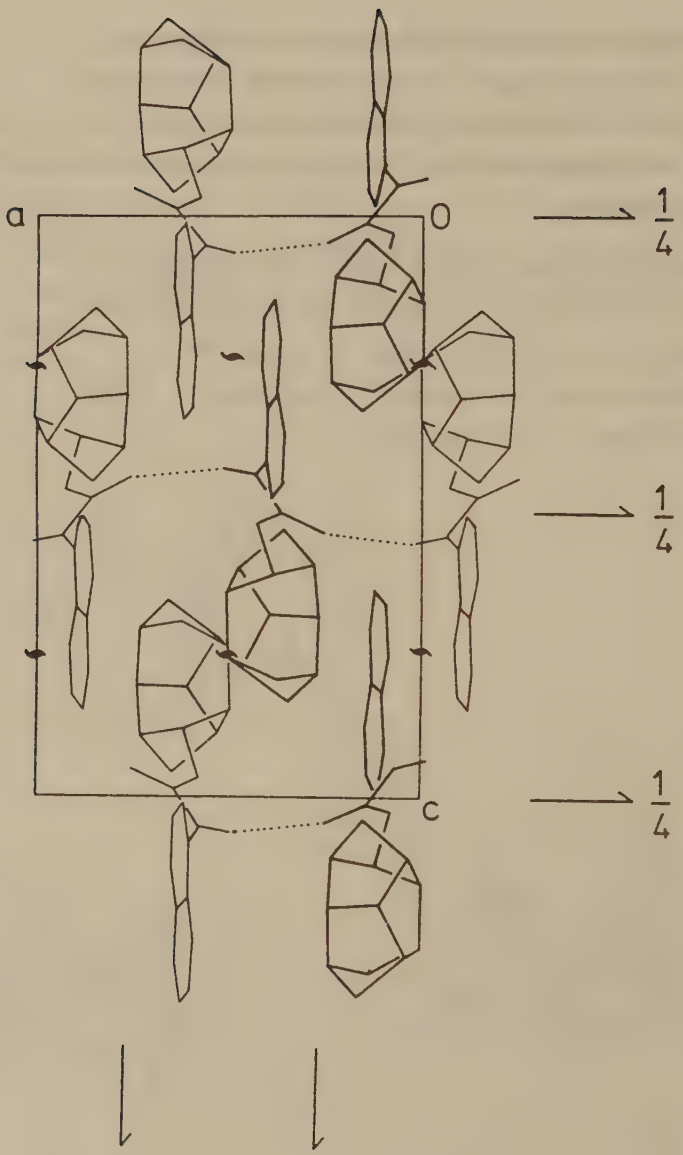
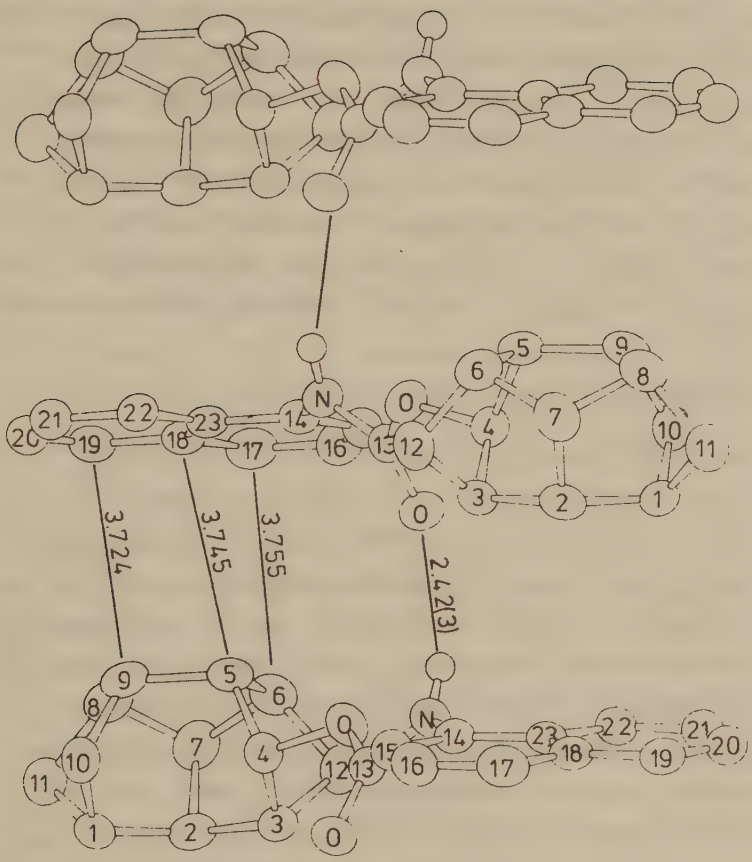


Abb. 20b



Die molekulare Anordnung von PCNHUR im Kristall ist durch unendliche Ketten über Wasserstoffbrückenbindungen verknüpfter Moleküle gekennzeichnet (Abb. 20). Die Ketten werden über (N)H...O-Bindungen entlang einer zweizähligen Schraubenachse (2_1-Achse) parallel zu a gebildet (vergl. das Muster von Wasserstoffbrücken in den Kristallen von primären und sekundären Carbonsäureamiden [59]. Durchaus in Einklang mit den Packungseigenschaften von sekundären Amiden [59b] steht auch die in etwa lineare Anordnung der (N)H...O-Bindung. Der N-H...O-Winkel beträgt in den Kristallen von PCNHUR 160(2)°, der C=O...H-Winkel wird vergleichsweise zu 144.3(6)° beobachtet. Die N-H...O=C-Gruppierung ist bei einem entsprechenden Torsionswinkel von 22(7)° in etwa koplanar angeordnet (vergl. [59b]).

Mit 2.42(3) Å scheint die (N)H...O-Bindung relativ lang. Der mit Röntgenbeugungsmethoden genauer bestimmbare N(H)...O-Abstand beträgt für PCNHUR 3.221(6) Å, vergleichsweise zu dem entsprechenden mittleren Abstand von 2.85 Å in sekundären Carbonsäureamiden [59b]. Der Unterschied ist vermutlich darauf zurückzuführen, daß aufgrund sterischer Einschränkungen zwischen dem sperrigen pentacyclischen Gerüst und dem aromatischen System keine optimalen (N)H...O-Wechselwirkungen ausgebildet werden können (Abb. 20b). In diesem Zusammenhang ist dann möglicherweise auch die beobachtete signifikante Pyramidalisierung des Stickstoffatoms zu sehen, die gegenüber einer planaren Anordnung eine Verkürzung des N(H)...O-Abstands bzw. (N)H...O-Abstands zur

Folge hat (Abb. 20b). Der uneigentliche Torsionswinkel C(13)-N(1)-C(14)-H(23) von -158(2)° drückt die pyramidale Struktur am Stickstoffatom aus. Entsprechende Winkelsummen von fünf N-Methylamiden [59b] lassen indes auf eine im wesentlichen planare Geometrie des jeweiligen Amidstickstoffatoms schließen. Das Naphthalinsystem wie auch der Carboxylkohlenstoff besitzen erwartungsgemäß eine in etwa planare Anordnung, wobei die Amidgruppierung um ca. 46° aus der Ebene des Aromaten gedreht ist. Eine weitere konformationelle Größe beschreibt den C(5)-C(4)-O(2)-C(13)-Torsionswinkel, der in den Kristallen von PCNHUR zu 153.6(3)°, vergleichsweise zu -89.4(6)° in PCPHTH, beobachtet wird (Abb. 19).

3.3. Vergleich der berechneten und experimentell bestimmten Geometrie von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan (7)

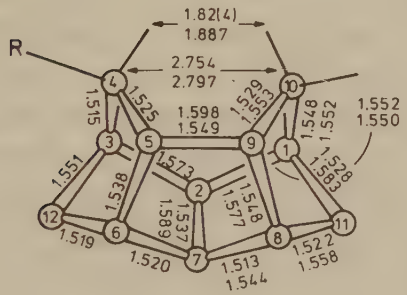
Von den untersuchten Kristallstrukturen zweier exo-ständiger Derivate von Pentacyclododecanol (7a) ist eine Struktur (PCPHTH) im Bereich des Kohlenwasserstoffrests teilweise fehlgeordnet (Abschnitt 3.2.2). Infolgedessen sind die resultierenden molekularen Geometrieparameter für eine weitergehende Diskussion kaum brauchbar. Als Ursache der Fehlordnung ist vermutlich eine statistische Verteilung der Enantiomere in den asymmetrischen Einheiten (enantiomeric disorder [53]) verantwortlich. Das zweite Derivat (PCNHUR) kristallisiert hingegen nichtzentrosymmetrisch in einer chiralen Raumgruppe. Danach liegt in den Kristallen jeweils nur

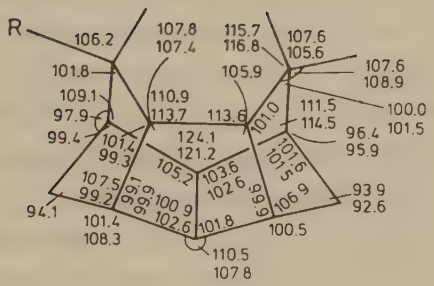
ein Enantiomeres vor. Die Strukturanalyse läßt dann wie vermutet keine nennenswerten Fehlordnungen erkennen.

Für den Vergleich der molekularen Geometrieparameter von Pentacyclododecan 7 zwischen Rechnung und Experiment werden nur die Größen der geordneten Struktur (PCNHUR) herangezogen. Die molekularen Geometrien sind in Abbildung 21 gegenübergestellt. Kraftfeldrechnungen ergeben für den gasförmigen Kohlenwasserstoff ein C_s-symmetrisches Minimum potentieller Energie (Abschnitt 3.1). Diese Symmetrie liegt auch in den Kristallen näherungsweise vor, wobei Abweichungen weitgehend substituentenbedingt scheinen (Abschnitt 3.2.3). Besonderes Interesse kommt dem nichtbindenden H...H-Abstand bzw. C(4)...C(10)-Abstand zu. Letzterer ist aus experimentellen Gründen genauer bestimmbar. Die nichtbindenden Abstände resultieren aus der Kristallstrukturanalyse zu 1.82(4) Å bzw. 2.754(6) Å und sind somit etwas kürzer als die entsprechenden Werte aus Kraftfeldrechnungen (1.887 Å bzw. 2.797 Å; Abb. 21). Die Tatsache zu lang berechneter solcher Abstände steht indessen nicht isoliert, sondern war auch in den Strukturen von exo-exo-, endo-endo- und exo-endo-Tetracyclododecan festzustellen [3], [30]. Tatsächlich dürfte der beobachtete H...H-Abstand in PCNHUR noch kürzer sein, da CH-Bindungslängen in Röntgenstrukturanalysen systematisch zu kurz bestimmt werden [60], [61]. So leiten sich aus Röntgenstrukturen bekanntlich Elektronendichteverteilungen ab, deren Maxima als Kernpositionen angesehen werden. Da Wasserstoffatome ihr Elektron zu Bindungszwecken beisteuern, resultiert eine asymmetrische Ver-

Abb. 21

Gegenüberstellung der experimentell bestimmten und berechneten (jeweils unterer Wert) molekularen Geometrieparameter von Pentacyclododecan 7. Die Wiedergabe der Rechenwerte beschränkt sich auf symmetrieunabhängige Größen.





schiebung der Elektronendichteverteilung am H-Atom in Richtung der Bindung zum C-Atom (asphericity shift, siehe z.B. unter [61]). Kernlage und Elektronendichtemaximum fallen dann nicht genau zusammen. Aus Neutronenbeugungsexperimenten resultiert indessen die genaue Lage des Protons, da die Beugung von Neutronenstrahlung vorwiegend am Kern geschieht. Eine solche Untersuchung ist auch für den PCNHUR durchaus in Betracht zu ziehen.

Der infolge abstoßender H...H-Wechselwirkungen aufgeweitete C(1)-C(2)-C(3)-Winkel wird in den Kristallen von PCNHUR zu 124.1° beobachtet. Kraftfeldrechnungen haben mit 121.2° einen etwas kleineren Winkel vorhergesagt. Auf die günstige Wirkung einer solchen Winkeldehnung hinsichtlich einer Vergrößerung des nichtbindenden H...H-Abstands wurde hingewiesen (Abschnitt 1). Die Dehnung des C(2)-C(3)-C(4)- bzw. C(2)-C(1)-C(10)-Winkels bringt ebenfalls die sich bedrängenden inneren H-Atome auseinander. Dieser Winkel beträgt in der Rechnung 114.5°, gegenüber dem entsprechenden beobachteten Wert von 110.3° (gemittelter C(2)-C(3)-C(4)-Winkel von 109.1° und C(2)-C(1)-C(10)-Winkel von 111.5°). Auch der C(4)-C(5)-C(9)-Winkel (113.7°) ist in den Rechnungen etwas größer als aus dem Experiment (110.9°) hervorgeht. Allerdings ist letzterer Winkel möglicherweise durch den Substituenten beeinflußt; vergl. Abschnitt 3.2.3. Bei maximalen Abweichungen von 2-4° zwischen berechneten und beobachteten C-C-C-Bindungswinkeln, die direkten Einfluß auf den interessanten H...H bzw. C(4)...C(10)-Abstand ausüben, kompensieren sich offenbar die Effekte.

Differenzen bis zu 0.06 Å treten hinsichtlich berechneter und beobachteter Bindungslängen auf. Bedeutung ist diesbezüglich besonders der C(5)-C(9)-Bindungslänge beizumessen, die in den Kraftfeldrechnungen mit 1.549 Å als normal vorhergesagt wird, während sie in der Realität auf 1.598 Å gedehnt ist. Eine solche Bindungsdehnung nimmt Einfluß auf den nichtbindenden Abstand der sich abstoßenden Mehtylenbrücken (Abschnitt 1). In den Kraftfeldrechnungen übertrieben gedehnte Bindungslängen treten gerade an solchen Molekülteilen auf, an denen kleine C-C-C-Bindungswinkel beteiligt sind. Die Ursache dieses Effekts liegt in "strech-bend"-Kreuztermen [62]. Diese Terme stellen anschaulich 1,3-Wechselwirkungen dar. D.h. bei kleinen Bindungswinkeln erfolgt eine Dehnung der Bindungslängen, um 1,3-Wechselwirkungen abzubauen (negativer Energiebeitrag; vergl. hierzu auch Abb. 13). Andererseits wird die Bindung bei Vorliegen größerer Winkel infolge reduzierter solcher Wechselwirkungen verkürzt (positiver Energiebeitrag).

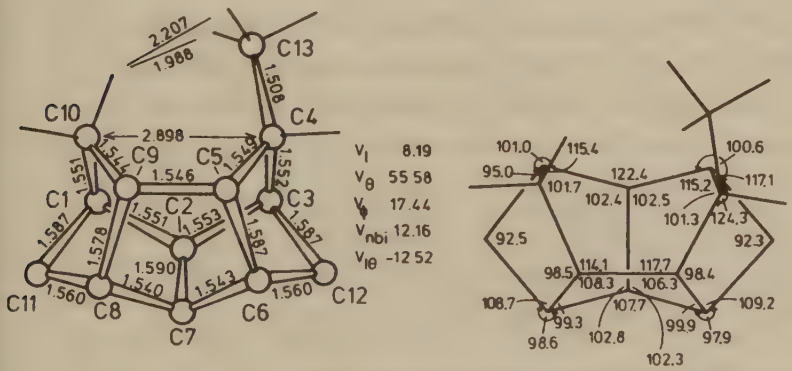
Werden die für Pentacyclododecan beobachteten Unterschiede zwischen Rechnung und Experiment im Sinn von Kraftfeldmängeln untersucht, so erweist sich die Analyse als nicht frei von Widersprüchen (vergl. [3]). Der nichtbindende H...H-Abstand errechnet sich gegenüber dem beobachteten Wert zu kurz, was auf ein eher zu hartes Potential für H...H-Abstoßungen deutet. Wird dieses reduziert, so sollte sich zwar die Übereinstimmung von Rechnung und Experiment hinsichtlich der nichtbindenden Wechselwirkungen vorteilhaft gestalten, der zentrale C(1)-C(2)-C(3)-Winkel sollte hingegen kleiner werden. Doch dieser resultiert aus den Kraftfeldrechnungen ohnehin schon um 2.9° zu klein.

Interessant ist, welchen Einfluß die endo-ständige OH-Gruppe in Verbindung $\underline{\underline{7b}}$ auf den C(1)-C(2)-C(3)-Winkel ausübt. Unter der Annahme, daß eine Methylgruppe hinsichtlich sterischer Anforderungen einer OH-Gruppe in etwa vergleichbar ist, haben wir Kraftfeldrechnungen zu dem endo-methylsubstituierten Pentacyclododecan angestellt (Abb. 22; Rechnungen mit dem Kraftfeld von Ermer [3]). Es zeigt sich aber, daß die Auswirkungen auf die molekulare Geometrie des pentacyclischen Gerüsts gegenüber der unsubstituierten Verbindung wenig ausgeprägt sind. So wird die zusätzliche Spannung im wesentlichen durch eine Aufweitung des C(5)-C(4)-C(13)-Winkels (124.3°) und des C(4)-C(5)-C(9)-Winkels (117.7°) abgebaut (Abb. 22). Der zentrale C(1)-C(2)-C(3)-Winkel ist mit 122.4° gegenüber berechneten 121.2° (Verbindung $\underline{\underline{7}}$) nur wenig beeinflußt. Auch der C(4)...C(10)-Abstand hat sich in den Rechnungen nur geringfügig um 0.1 Å auf 2.898 Å verlängert (Abb. 22). Unter Berücksichtigung des um ca. 3° zu klein berechneten zentralen C(1)-C(2)-C(3)-Winkels in Pentacyclododecan (ber: 121.2°; beob: 124.1°) läßt sich dieser Winkel für die methylsubstituierte Verbindung bzw. für den endo-ständigen Alkohol $\underline{\underline{7b}}$ dann zu etwa 125° abschätzen.

Abb. 22

Kraftfeldrechnungen für 4-endo-Methyl-pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan.

In den Diagrammen sind jeweils Bindungslängen (Å) und charakteristische nichtbindende Abstände (Å) sowie Winkel (Grad) angegeben. Unter dem mit Atombezeichnungen versehenen Diagramm ist die berechnete potentielle Energie V_{tot} und die Gesamtenthalpie H_{tot} aufgeführt. Ferner kommen die berechnete Bindungslängenspannung V_l, Winkelspannung V_θ, Torsionsspannung V_ϕ, Spannung von nichtbindenden Wechselwirkungen V_{nbi} und der Energiebeitrag von stretch-bend-Kreuztermen $V_{l\theta}$ zur Darstellung (jeweils kcal Mol^{-1}). Unter dem Symmetriesymbol ist die niedrigste berechnete Schwingungsfrequenz ω_{min} (cm^{-1}) angegeben.



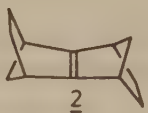
M
80.51
259.66

C_1
124 A

4. Zusammenfassung

In dieser Arbeit werden kristallstrukturanalytische Untersuchungen an einigen hochgespannten kondensierten Norbornansystemen beschrieben. Die Ergebnisse dieser Analysen werden mit den Resultaten bereits vorliegender Kraftfeldrechnungen [3] verglichen.

1



2

7

In den isomeren Tetracyclen 1 und 2 ist die Geometrie der Doppelbindung von besonderem Interesse. Eine Verkleinerung des stark aufgeweiteten exocyclischen $C(sp^3)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkels und somit eine Verringerung der Winkelspannung kann infolge der konformationell eingeschränkten Norbornensysteme nur über ein Abknicken (out-of-plane-bending) der Doppelbindung erreicht werden. Kraftfeldrechnungen [3] sagen für 1 und 2 eine nichtplanare Doppelbindungsgeometrie voraus.

In den Kristallen von 4-Nitrophenyl-syn-tetracyclo[$6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}$]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxylat (TCCE) liegt wahrscheinlich eine out-of-plane-bending-deformierte Doppelbindung vor. Der mittlere exocyclische Winkel resul-

tiert hier zu 138.2°. Zuverlässige Aussagen sind jedoch infolge einer partiellen Fehlordnung nicht möglich.

Kristallographische Untersuchungen an einem weiteren Derivat mit tetracyclischem Kohlenstoffgerüst (TCDCI) ergeben, daß es sich bei der untersuchten Verbindung um das exo-substituierte anti-Tetracyclododecen-Derivat (2) handelt. In den Kristallen von TCDCI liegt eine signifikant nichtplanare Doppelbindung vor. Der exocyclische Winkel beträgt hier 142.2(2)°, der mittlere $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-$C(sp^3)$-Winkel resultiert zu 107.8(2)°. Die $C(sp^2)$-$C(sp^2)$-Bindungslänge wird zu 1.338(4) Å beobachtet.

Der Pentacyclus 7 ist durch kurze nichtbindende H...H-Abstoßungen charakterisiert. Von Interesse sind die Auswirkungen dieser abstoßenden Wechselwirkungen auf die molekulare Geometrie. Nach Kraftfeldrechnungen [3] wird die Spannung der nichtbindenden H...H-Abstoßungen hauptsächlich durch Winkeldeformationen abgebaut. Der größte C-C-C-Winkel resultiert aus den Rechnungen zu 121.2°, bei einem berechneten H...H-Abstand von 1.887 Å.

Aus der teilweise fehlgeordneten zentrosymmetrischen Kristallstruktur des Phthalsäure-halbesters (PCPHTH) von Pentacyclo[6.2.1.$1^{3,6}$.$0^{2,7}$.$0^{5,9}$]dodecan-4-exo-ol (7a) resultieren fragwürdige Geometrieparameter. In den nichtzentrosymmetrischen Kristallen des N-(1)-Naphthylcarbamats (PCNHUR) von 7a sind keine nennenswerten Fehlordnungseffekte auszumachen. Als wichtigste Ergebnisse der Kristallstrukturana-

lyse von PCNHUR resultieren ein mit 1.82(4) Å kurzer H...H-Abstand, ein aufgeweiteter C-C-C-Winkel von 124.1(3)° und eine auf 1.598(6) Å gedehnte C-C-Bindungslänge.

5. Beschreibung der chemisch-präparativen Versuche

Die Spektren der beschriebenen Verbindungen wurden mit folgenden Geräten aufgenommen:

^{1}H-NMR-Spektren	Hochauflösungs-Kernresonanzspektrometer Varian-A-60D Varian-T-60 Bruker WP-80
IR-Spektren	Perkin-Elmer Infrarot-Gitter-Spektrometer 325
Ms-Spektren	CH-5 MAT-Varian

Um die ^{1}H-NMR-Spektren zu charakterisieren, kommen folgende Abkürzungen zur Anwendung:
s: Singulett; d: Dublett; t: Triplett; q: Quartett; m: Multiplett; k: komplexe Überlagerung. Als innerer Standard ist stets TMS zugegeben, auf den auch die chemische Verschiebung in δ-Werten bezogen ist.

Alle angegebenen Schmelzpunkte wurden in einer Apparatur nach Dr. Tottoli (Glasapparatefabrik Flawil) bestimmt und sind nicht korrigiert.

Die Elementaranalysen wurden im Mikroanalytischen Laboratorium Dornis und Kolbe in Mühlheim durchgeführt.

Herrn Dr. D. Müller sei für die Aufnahme der Massenspektren gedankt.

Herrn R. Döhring und Herrn Ing.-grad. C. Körner sei für die Aufnahme der 80-MHz-Fourier-Transform-^{1}H-NMR-Spektren gedankt.

Für Diskussionen und Anregungen möchte ich auch danken Herrn Dipl. Chem. D. Boxberg, H.J. Oslowski, G. Siepert und R. Steppuhn.

Mein Dank gilt ferner Herrn Prof. Dr. W.R. Roth für die zur Durchführung dieser Arbeit gewährten Arbeitsmöglichkeiten.

Mein ganz besonderer Dank für das stets gezeigte Interesse und anregende Diskussionen gilt Herrn Priv. Doz. Dr. O. Ermer.

Darstellung von Isodicyclopendadien 8

Partielle Hydrierung von Dicyclopentadien

In einem typischen Versuch wurden 80 g (0.61 mol) dimeres Cyclopentadien in 600 ml Äthanol gelöst, mit 4 g Pd/C-Katalysator versetzt und bei Normaldruck bis zum Erreichen der theoretischen Menge Wasserstoff partiell hydriert. Anschließend wurde filtriert, mit 1 l Wasser versetzt und ausgeäthert. Nach dem mehrmaligen Waschen der ätherischen Phase mit Wasser wurde das Lösungsmittel abgezogen. Auf eine destillative Reinigung wurde verzichtet.
Ausbeute: 73.3 g (89.7%)

Darstellung von 5-Acetoxy-Tricyclo[5.2.1.$0^{2,6}$]decen-3

Das Dihydrodicyclopentadien wurde in 190 g Essigsäureanhydrid und 38 g Eisessig gelöst und bei 50°C über einen Zeitraum von 4 Stunden tropfenweise mit einer Lösung von 57 g (0.514 mol) Selendioxid in 80 ml Wasser versetzt. Schon bald fiel Selen als roter Niederschlag aus. Es wurde noch über Nacht gerührt und dann heiß abfiltriert. Die Lösungs-

mittel wurden im Wasserstrahlvakuum bei siedendem Wasserbad abgezogen. Die Reinigung des verbliebenen Rests erfolgte zunächst durch Filtration über eine Kieselgelsäule (Laufmittel : Äther/Petroläther, 1 : 1), dann wurde im Hochvakuum destilliert.

Ausbeute: 45.6 g (46.2%)

Sdp: 65-75°C (0.01 Torr)

^{1}H-NMR(60MHz, CCl_4): 1.0-1.6(k, 6H); 1.85(s, 3H); 2.0-2.5 (k, 3H); 3.0(breit, 1H); 5.31(breit, 1H); 5.4-5.9(k, 2H)

MS-Spektrum: m/e=192(M^+)

Verseifung von 5-Acetoxy-Tricyclo[5.2.1.$0^{2,6}$]decen-3

Zu 20 g KOH in 20 ml Wasser und 175 ml Methanol wurden unter Eiskühlung und Rühren über einen Zeitraum von 45 Minuten 45.6 g (0.238 mol) der Acetoxyverbindung zugetropft. Die Lösung färbte sich alsbald rotorange. Über Nacht wurde gerührt, danach das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer so weit wie möglich abgezogen. Der Rückstand wurde mit Wasser versetzt und der sich ölig abscheidende Alkohol mit Äther

extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen wurden wiederholt mit Wasser gewaschen, getrocknet und das Lösungsmittel abgezogen. Anschließend erfolgte die Reinigung durch Destillation.

Ausbeute: 32 g (89.8%)

Sdp: 118-121°C (12 Torr)

Pyrolyse von Tricyclo[6.2.1.$0^{2,6}$]decan-5-ol zu Isodicyclopentadien (8)

Die Pyrolyseapparatur bestand aus einer senkrecht angeordneten Quarzsäule (40 cm lang, 2,5 cm Durchmesser), die schichtweise mit Glaswolle und Aluminiumoxid (Chi-Tonerde der Firma Giulini, Ludwigshafen) gefüllt worden war und von einem Röhrenofen umgeben wurde. Pyrolysiert wurde bei 320°C, wobei im Ölpumpenvakuum tropfenweise 32 g (0.213 mol) Alkohol auf die Säule gegeben wurde. Das Produkt kondensierte dann in eine mit flüssigem Stickstoff gekühlte und mit etwas Hydrogencarbonat versehene Falle. Anschließend wurde das Pyrolyseprodukt mit Äther versetzt, die organische Phase gewaschen und getrocknet. Dann erfolgte die Destillation.

Ausbeute: 21.6 g (76.7%)

Sdp: 65°C (10 Torr)

^{1}H-NMR(60MHz, CCl_4): 1.1-2.0(k, 6H); 2.96(breit, 4H); 5.43(m, 2H)

MS-Spektrum: m/e=132(M^+), 117, 103

Darstellung von Methyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1.^{3,6}.$0^{2,7}$]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxylat (13)

Eine Mischung von 10 g (75.8 mmol) Isodicyclopentadien, 0.2 g Hydrochinon, 20 g (0.232 mol) Acrylsäuremethylester und 100 ml n-Hexan wurden 24 Stunden bei 50°C gehalten. Nach dem Abziehen des Lösungsmittels und des überschüssigen Dienophils wurde über eine Kieselgelsäule chromatographiert (Laufmittel, Äther-Petroläther, 1:20).

Ausbeute: 14 g (84.8%)

^{1}H-NMR(60MHz, CCl_4): 0.7-2.4(k, 10H); 2.7-3.1(br, 5H); 3.7(s, 3H)

MS-Spektrum: m/e=218(M^+), 190, 187, 132, 104

Darstellung von 4-exo-Hydroxymethyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.$0^{2,7}$]dodec-2(7)-en (14)

5 g (22.9 mmol) von Verbindung 13 wurden in 50 ml abs. Äther gelöst und zu einer Suspension von 0.5 g Lithiumaluminiumhydrid in 150 ml abs. Äther getropft. Anschließend wurde noch eine Stunde unter Rückfluß gehalten. Die Aufarbeitung erfolgte wie üblich. Das Produkt resultierte als dickflüssiges Öl.

Ausbeute: 4.3 g (quantitativ)

^{1}H-NMR(60MHz, CCl_4): 0.6-1.9(k, 11H); 2.53-3.0(k, 5H); 3.23-3.6(k, 2H)

MS-Spektrum: m/e=190(M^+), 162, 132, 104

Zur Darstellung der Ester 14a, 14b, 14c wurden äquimolare Mengen Alkohol 14 und das entsprechende Säurechlorid bzw. Anhydrid in Pyridin als Lösungsmittel umgesetzt und nach den üblichen Methoden aufgearbeitet. Aus Kristallisationsversuchen der beiden Nitrobenzoate resultierten weiche Konglomerate von Kristallen, aus denen sehr dünne Plättchen ($\leq$ 0.03 mm) herausragten, die für kristallographische Untersuchungen unbrauchbar waren. Das saure Phthalat konnte nicht zur Kristallisation gebracht werden, sondern erstarrte vielmehr glasartig.

p-Nitrobenzoat von Verbindung 14

Schmp: 123°C

MS-Spektrum: m/e=339(M^+), 311, 150, 132, 104

Elementaranalyse für $C_{20}H_{21}NO_4$

exp:		ber:	
C	70.6%	C	70.8%
H	6.2%	H	6.2%
N	4.1%	N	4.1%
O	19.1%	O	18.9%

3,5-Dinitrobenzoat von Verbindung 14

Schmp: 125°C

MS-Spektrum: m/e=384(M^+), 356, 195, 132, 104

Elementaranalyse für $C_{20}H_{20}N_2O_4$

exp:		ber:	
C	62.8%	C	62.5%
H	5.5%	H	5.2%
N	6.4%	N	7.3%
O	25.3%	O	25.0%

Hydrogenphthalat von Verbindung 14

Schmp: 86°C

MS-Spektrum: m/e=(kein M^+), 159, 132, 104

Elementaranalyse für $C_{21}H_{22}O_4$

exp:		ber:	
	C 75.2%		C 74.5%
	H 6.8%		H 6.5%
	O 18.0%		O 18.9%

Darstellung von syn-Tetracyclo[6.2.1.$1^{3,6}$.$0^{2,7}$]dodec-2(7)-en-4-exo-carbonsäure (15)

Zu einer Lösung von 7 g KOH in 7 ml Wasser und 70 ml Methanol wurden langsam 12 g (55.0 mmol) Addukt 13 gegeben. Anschließend hielt man 4 Stunden unter leichtem Rückfluß, zog das Methanol weitgehend ab und versetzte mit Wasser. Nach dem Ansäuern wurde die sich ölig abscheidende Carbonsäure ausgeäthert, die organische Phase gewaschen und getrocknet. Nach dem Abziehen des Lösungsmittels verblieb ein zäher Rückstand, der dann erstarrte. In einem weiteren Ansatz kristallisierte die Säure aus.

Ausbeute: 10.8 g (quantitativ)

Schmp: 113°C

^{1}H-NMR(60MHz, $CDCl_3$): 0.5-2.5(k, 11H); 2.95(breit, 3H); 3.14(breit, 1H); 10.47(breit, 1H)

MS-Spektrum: m/e=204(M^+), 176, 132, 104

Darstellung von syn-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carbonylchlorid (16)

Äquimolare Mengen Carbonsäure 15 und Thionylchlorid wurden 2 Stunden unter Rückfluß gehalten. Anschließend wurde überschüssiges Thionylchlorid im Wasserstrahlvakuum abdestilliert und das Säurechlorid destilliert.

Sdp: 107-110°C (0.01 Torr)

MS-Spektrum: m/e=222/224(M^+), 187, 132, 104

Darstellung von 4-Nitrophenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxylat TCCE (17)

3,7 g (16.7 mmol) Säurechlorid 16 und 2.4 g (17.3 mmol) getrocknetes 4-Nitrophenol wurden in 6 ml Pyridin gelöst und über Nacht unter Feuchtigkeitsausschluß bei Raumtemperatur gerührt. Dann wurde mit Eiswasser versetzt, angesäuert und der ölige Ester ausgeäthert. Die ätherische Phase wurde mehrmals mit Wasser extrahiert und dann getrocknet. Das Lösungsmittel wurde teilweise abgezogen, wobei sich die Lösung gelbgrün färbte. Nach einigen Stunden bildete sich im Kolben ein Konglomerat von großen gelbgrünen Kristallen. Diese wurden abfiltriert. Die Mutterlauge verfärbte sich im Verlauf weiterer Stunden über dunkelgrün nach schwarz. Zurück blieb ein viskoses schwarzes Teer.

Ausbeute: 5.1 g (94.0%)

Schmp: 112°C

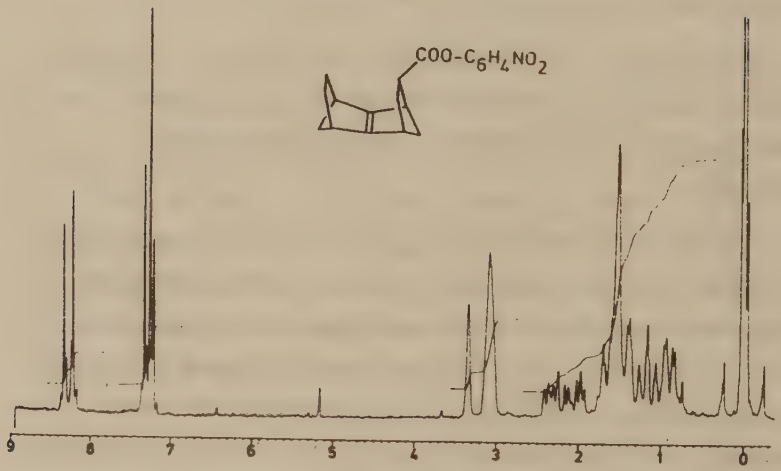
MS-Spektrum: 325/326(M^+), 203, 187, 159, 132, 104, 55

Raman-Spektrum: 1596, 1343, 1219, 1128, 113 cm^{-1}

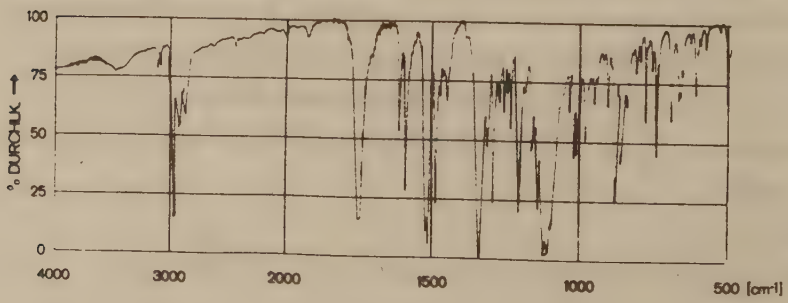
Elementaranalyse für $C_{19}H_{19}NO_4$

exp:		ber:	
	C 70.2%		C 70.2%
	H 5.8%		H 5.8%
	N 4.2%		N 4.3%
	O 19.9%		O 19.7%

eine Röntgenstrukturanalyse wurde durchgeführt.



^{1}H-NMR-Spektrum(80MHz, $CDCl_3$) von TCCE



IR- Spektrum von TCCE (KBr-Preßling)

Die Darstellung der syn-tetracyclischen Ester 18a und 18b sowie der Carbonsäureamide 19a, 19b und 19c (Abb. 8) erfolgte analog der Synthese von TCCE (17) durch Reaktion äquimolarer Mengen Säurechlorid 16 mit den entsprechenden Alkoholen bzw. Aminen.

2,4-Dinitrophenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.o^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxylat (18a)

Schmp: 159°C
MS-Spektrum: m/e=370(M^+), 187, 159, 132, 104, 55
hydrolyseempfindlich; schichtweise übereinandergewachsene Kristalle im orthorhombischen System; keine geeigneten Röntgenkristalle erhalten.

2-Naphthyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.o^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxylat (18b)

Schmp: 99°C
MS-Spektrum: m/e=330(M^+), 198, 186, 104, 55
Zellparameter in Tab. 3

N-(4-Nitro)-phenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.o^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxamid (19a)

Schmp: 198°C
MS-Spektrum: m/e=324(M^+), 296, 194, 132, 104, 55
Zellparameter in Tab. 3

N-(2,4-Dinitro)-phenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxamid (19b)

Schmp: 204°C

MS-Spektrum: m/e=369(M^+), 341, 233, 223, 159, 132, 55

keine Röntgenkristalle erhalten

N-(2)-Naphthyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-carboxamid (19c)

Schmp: 185°C

MS-Spektrum: m/e=329(M^+), 301, 197, 132, 104, 55

langsame Verwitterungserscheinungen an Luft; schichtweise übereinandergewachsene Individuen aus weiteren Kristallisationen

Darstellung von syn-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4-exo-isocyanat

Eine Lösung von 8.6 g (41.2 mmol) Carbonsäure 15 in 80 ml Aceton wurde auf 0°C (Innenthermometer) abgekühlt. Bei dieser Temperatur tropfte man zunächst 5.1 g Triäthylamin in 20 ml Aceton, danach 6.5 g Chlorameisensäureäthylester in 20 ml Aceton zu. Anschließend wurde eine Stunde gerührt. Dann wurden bei 0°C 8.5 g Natriumazid in 15 ml Wasser zugetropft. Man ließ noch zwei Stunden rühren, goß das Reaktionsgemisch in 400 ml Eiswasser und extrahierte mehrmals mit eiskaltem Toluol (3x80 ml). Die organische Phase wurde zunächst über Magnesiumsulfat, dann über Phosphorpentoxid

im Tiefkühlschrank getrocknet. In einem Kolben wurde wenig Toluol vorgelegt und auf 100°C erwärmt, dann tropfte man die Carbonsäureazid enthaltende Toluollösung langsam zu (Blasenentwicklung). Nach der vollständigen Zugabe wurde noch eine Stunde unter Rückfluß gehalten. Das Lösungsmittel konnte anschließend im Vakuum abgezogen werden, das gebildete Isocyanat wurde destilliert.

Ausbeute: 3.8 g (44.8%)

Sdp: 92-96°C (0.01 Torr)

MS-Spektrum: 201(M^+), 173, 132, 104, 91

IR-Spektrum: 2270, 1608 cm^{-1}

syn-Tetracyclo[6.2.1.$1^{3,6}$.$0^{2,7}$]dodec-2(7)-en-4-exo-phenylcarbamat (20)

Äquimolare Mengen Isocyanat und Phenol wurden in wenig Petroläther (60/80) gelöst und eine Stunde unter Rückfluß gehalten. Anschließend wurde das Lösungsmittel abgezogen. Aus Kristallisationsversuchen resultierten stets weiche Zusammenballungen von mikrokristalliner Substanz.

Schmp: 148°C

^{1}H-NMR(60MHz, $CDCl_3$): 0.7-1.9(k, 10H); 4.0(breit, 5H); 5.05(breit, 1 H); 7.25(m, 5H)

MS-Spektrum: m/e=295(M^+), 218, 201, 132, 117, 104, 94

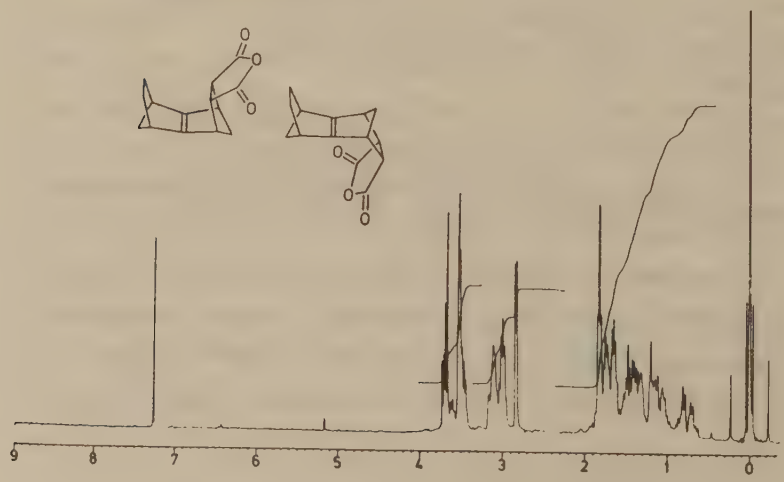
Darstellung von syn-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarbonsäureanhydrid (10) und anti-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-endo-dicarbonsäureanhydrid (11)

Zu einer Lösung von 5 g (37.9 mmol) Isodicyclopentadien in 25 ml Benzol wurden 3.7 g (37.8 mmol) MSA zugegeben. Es fand eine exotherme Reaktion statt. Anschließend wurde über Nacht gerührt und das Lösungsmittel abgezogen. Das viskose Öl wurde über eine Kieselgelsäule filtriert (Laufmittel: n-Hexan/Äther, 4:1). Die Reaktion mit Äther als Lösungsmittel unter sonst gleichen Bedingungen ließ keine Variation der Produkte erkennen. Trennversuche für präparative Mengen erfolgten über Dünnschicht- und Säulenchromatographie (verwendet wurden käufliche Platten).

Ausbeute: 8.4 g (quantitativ)

MS-Spektrum: m/e=230(M^+), 202, 104

^{1}H-NMR-Spektrum(80MHz, $CDCl_3$)



Darstellung von syn-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarbonsäure-monomethylester

Ein Gemisch von 3 g (22.7 mmol) Isodicyclopentadien, 0.2 g Hydrochinon und 3.3 g (22.9 mmol) Maleinsäuredimethylester wurde 24 Stunden bei 50°C gehalten. Anschließend wurde über eine Kieselgelsäule filtriert (Laufmittel: Äther/Petroläther, 1:10; Ausbeute: 5.8 g (92.5%); Sdp: 132°C (0.01 Torr); MS-Spektrum: m/e=276(M^+), 245, 217, 145, 132, 104)

In einer Lösung von 8 g KOH, 8 ml Wasser und 80 ml Methanol wurden 15 g (54.3 mmol) Diester aufgelöst und über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Dann wurde mit 1 l Wasser versetzt, angesäuert und ausgeäthert. Die ätherische Phase wurde mit Hydrogencarbonatlösung extrahiert. Die wässrige Phase wurde dann mit verdünnter HCl bis zur sauren Reaktion versetzt und der Niederschlag abfiltriert. Umkristallisiert wurde aus Methanol.

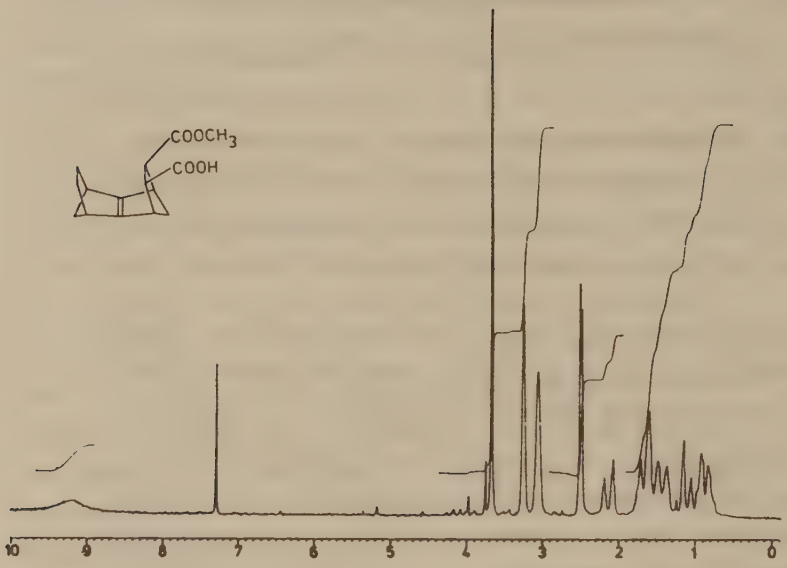
Ausbeute: 11.8 g (82.9%)

Schmp: 155°C

MS-Spektrum: m/e=262(M^+), 202, 132, 104

Zellparameter in Tab. 3

^{1}H-NMR-Spektrum(80MHz, $CDCl_3$)



Hydrolyse der Anhydride 10 und 11

Zu 30 ml Wasser und 1 g KOH wurde 1 g Anhydridgemisch gegeben und bei Raumtemperatur 8 Stunden gerührt. Die Lösung nahm zu Beginn der Reaktion eine gelbliche Farbe an. Anschließend wurde angesäuert und das ausgefallene Produkt abfiltriert. Aus Methanol resultierten nadelförmige Kristalle.

Schmp: 170°C

MS-Spektrum: m/e=248(M^+), 220, 174, 132, 104, 55

Elementaranalyse für $C_{14}H_{16}O_2$

exp: C 67.3% ber: C 67.7%

H 6.3% H 6.5%

Zellparameter in Tab. 3

Darstellung von syn-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarbonsäure-mono-(4-nitro)-phenylester (21c)

2,5 g (10.0 mmol) obigen Hydrolyseprodukts wurden in 30 ml Thionylchlorid gelöst und 4 Stunden unter Rückfluß gehalten. Dann wurde das überschüssige Thionylchlorid abdestilliert und das Produkt im Hochvakuum getrocknet. Anschließend wurde das Säurechlorid in wenig Pyridin aufgelöst und langsam eine Lösung von 1.6 g (11.5 mmol) 4-Nitrophenol in 15 ml Pyridin zugetropft (Braunfärbung der Lösung und Niederschlag). Nach 18 Stunden wurde n-Pentan zugegeben und der Feststoff konnte abfiltriert werden. Die Reinigung erfolgte mit Wasser und wässrigem Aceton. Kristallisiert wurde aus Methylenchlorid, wobei große spröde Plättchen erhalten wurden. Die untersuchten Kristalle waren chromatographisch einheitlich.

Ausbeute: 1.3 g (35.2%)

Schmp: 218°C

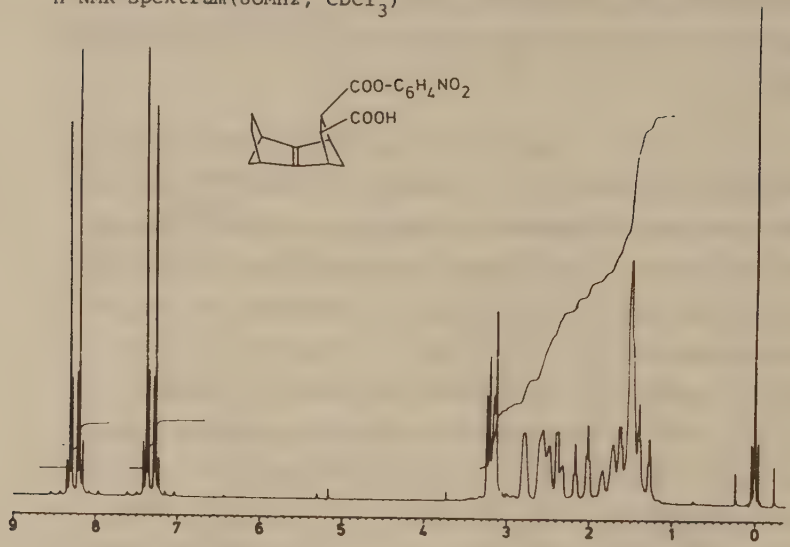
MS-Spektrum: m/e=kein M^+, 237, 231, 154, 131, 91

Elementaranalyse für $C_{20}H_{19}NO_6$

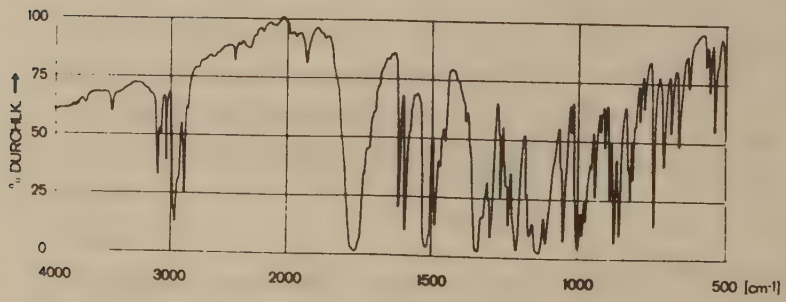
exp:		ber:	
	C 65.5%		C 65.0%
	H 5.5%		H 5.1%
	N 3.5%		N 3.8%
	O 25.6%		O 26.0%

Zellparameter in Tab. 3

^{1}H-NMR-Spektrum(80MHz, $CDCl_3$)



IR-Spektrum (KBr-Preßling)



Reaktion von Isodicyclopentadien 8 mit p-Benzochinon

Zu 4 g (30.3 mmol) Dien in 25 ml Benzol wurden 3.3 g (30.6 mmol) p-Benzochinon gegeben und über Nacht bei 80°C gehalten. Anschließend wurde das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abgezogen. Es verblieb ein dunkelbrauner viskoser Sirup, der mit wenig n-Hexan versetzt und gründlich durchgeschüttelt wurde. Der ausfallende braune Feststoff konnte dann abfiltriert werden. Anschließend wurde über eine Kieselgelsäule filtriert (Laufmittel:n-Hexan/Äther, 3:1). Kristallisiert wurde aus Aceton/Wasser (große honigfarbene Blöcke).

Ausbeute: 6.8 g (92.7%)

Schmp: 132°C

^{1}H-NMR(60MHz, $CDCl_3$): 0.6-1.9(k, 8H); 2.38(breit, 2H); 3.1(breit, 2H); 3.3(breit, 2H); 6.67(s, 2H)

IR-Spektrum (KBr-Preßling): 1670, 1613

MS-Spektrum: m/e=240(M^+), 312, 104

Zellparameter in Tab. 3

Darstellung von N-(4-Nitro)-phenyl-anti-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarboximid TCDCI (22b)

Äquimolare Mengen Anhydrid (0.5 g) und p-Nitroanilin (0.3 g) wurden in Toluol (50 ml) und wenig Pyridin (5 ml) teilweise aufgelöst und 6 Stunden unter kräftigem Rückfluß gehalten. Nach dem Abziehen der Lösungsmittel wurde mit Aceton

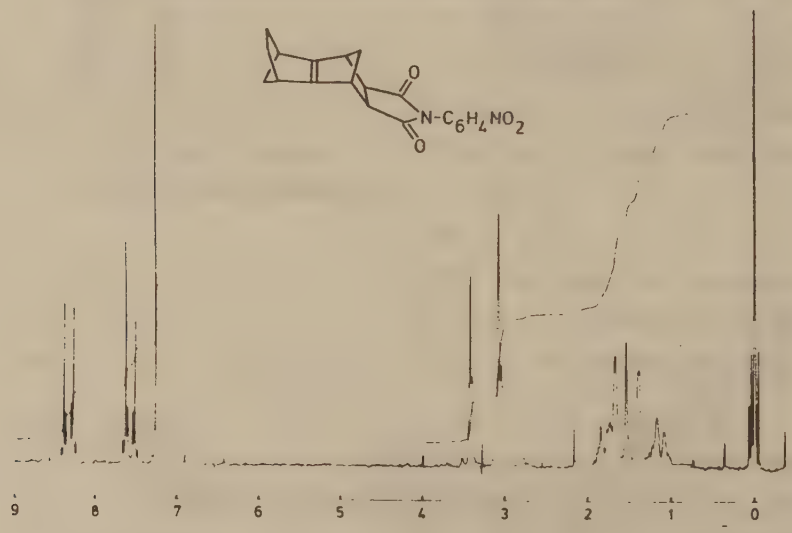
versetzt und anschließend mit wenig n-Pentan. Der Niederschlag wurde abfiltriert und mit kalter wässriger Acetonlösung gewaschen. Die Kristallisationen erfolgten aus Aceton, wobei nadelförmige Individuen sowie relativ große, leicht gelb gefärbte Blöcke resultierten. Bei letzteren handelt es sich um die Titelverbindung.

Ausbeute: 0.5 g (65.7%)

Schmp: 205°C

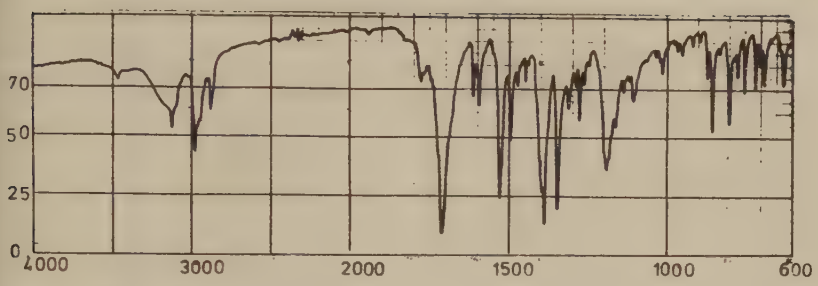
MS-Spektrum: m/e=350(M^+), 322, 132, 104

eine Kristallstrukturanalyse wurde durchgeführt



^{1}H-NMR(Spektrum, $CDCl_3$)

IR-Spektrum (KBr-Preßling)



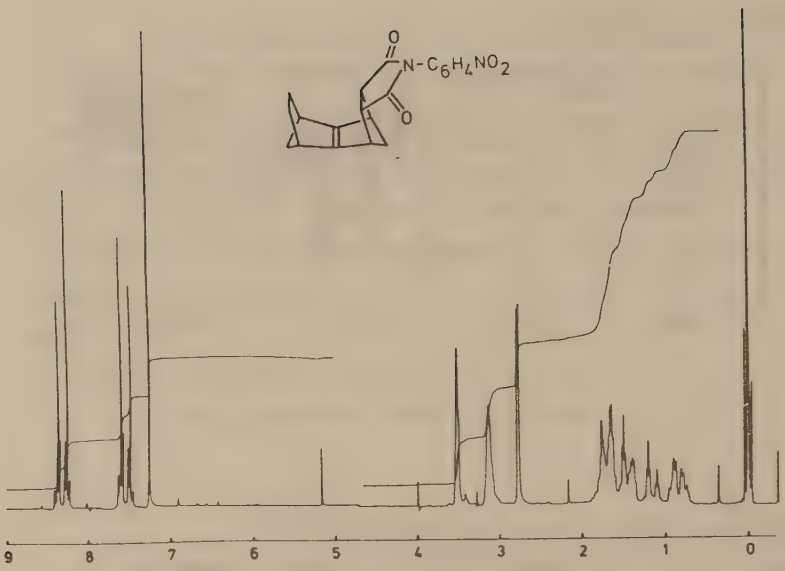
Darstellung von N-(4-nitro)-phenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarboximid

6.4 g (27.8 mmol) Anhydridgemisch und 3.84 g (27.8 mmol) 4-Nitroanilin wurden in 150 ml Toluol 16 Stunden bei 110°C gehalten. Das Lösungsmittel wurde größtenteils abgezogen und der tiefbraune ölige Rückstand mit n-Pentan und wenig Äther veretzt. Anschließend wurde von dem zähen Feststoff abdekantiert, der Niederschlag mit Äther versetzt und abfiltriert. Der Niederschlag wurde schließlich mit kaltem Aceton gewaschen. Kristallisiert wurde aus größeren Mengen Aceton (große Blöcke). Chromatographieversuche zeigten eine einheitliche Substanz.

Ausbeute: 5.8 g (59.6%)

Schmp: 218°C

MS-Spektrum: m/e=350(M^+), 322, 132, 104



^{1}H-NMR-Spektrum

Die Darstellung des entsprechenden syn-tetracyclischen Phenylimids bzw. 3,5-Dinitro-phenylimids erfolgte nach obiger Vorschrift.

N-Phenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarboximid (22a)

Schmp: 198°C

^{1}H-NMR-Spektrum(80MHz, $CDCl_3$): 0.7-1.9(k, 8H); 2.73(s, 2H); 3.1(breit, 2H); 3.5(breit, 2H); 7.35(m, 5H)

MS-Spektrum: m/e=305(M^+), 132, 104

Zellparameter in Tab. 3

N-(3,5-Dinitro)-phenyl-syn-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-2(7)-en-4,5-exo-dicarboximid (22c)

Schmp: 221°C

^{1}H-NMR-Spektrum(80MHz, $CDCl_3$): 0.70-1.90(k, 6H); 2.82(s, 2H); 3.17(s, breit, 2H); 3.58(s, breit); 8.62(d, 2H); 9.03(t, 1H)

MS-Spektrum: m/e=395(M^+), 312, 104

Zellparameter in Tab. 3

Dechlorierung von 3,4,5,6,12,12-Hexachloro-4,5-exo-epoxy-endo-endo-tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodecen-4 (Endrin)

Zu einer gerührten Lösung von 37.25 g (0.124 mol) Endrin und 115.5 g (1.561 mol) tert-Butanol in 500 ml trockenem Tetrahydrofuran unter Argon wurden 21 g (3.043 mol) Lithiumgranulat zugefügt. Nach einigen Minuten setzte eine heftige exotherme Reaktion ein, die mit Eiskühlung unter Kontrolle gehalten wurde. Nach ca. 10 Minuten konnte die Kühlung entfernt werden, wobei die Lösung leicht siedete. Nach etwa einer Stunde wurde erwärmt und die Mischung 20 Stunden unter Rückfluß gehalten. (In weiteren Versuchen stellte sich heraus, daß nur 2 Stunden bis zur vollständigen Reaktion unter Rückfluß gehalten zu werden brauchte). Anschließend wurde noch eine Stunde bei Raumtemperatur gerührt und das Gemisch dann vorsichtig auf 3 l Eis gegeben. Nach dreimaligem Ausäthern mit je 250 ml wurde die organische Phase mit 3x500 ml Wasser gewaschen. Restliches tert-

Butanol und Tetrahydrofuran wurden im Ölpumpenvakuum bei 60°C abgezogen. Das ^{1}H-NMR-Spektrum des Rohprodukts läßt ein Produktengemisch erkennen. Zunächst wurden über Säulenchromatographie Trennversuche durchgeführt (Kieselgel, Äther/n-Hexan, 1:3; aus der 1. Fraktion resultierte ein gelbes Öl; n_D^{22} = 1.5189; im IR Banden bei 1724 und 1573 cm^{-1}; die 2. Fraktion lieferte die Verbindungen 27 und 7a im Verhältnis von ca. 3:1). Vorteilhafter war, das Rohproduktgemisch in möglichst wenig Aceton aufzulösen und dann mit n-Hexan zu versetzen. Der weiße Niederschlag besteht ausschließlich aus den Alkoholen 27 und 7a. Eine weitere Reinigung wurde nicht durchgeführt. Die Ausbeute an 28 und 3a variierte je nach Ansatz zwischen 8.0 und 9.6 g (36-54%).

Darstellung von endo-endo-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-4-en-9-exo-hydrogenphthalat

Die Darstellung erfolgt wie üblich durch Umsatz äquimolarer Mengen an Anhydrid und Alkohol 27, der durch wiederholte säulenchromatographische Trennungen von Verbindung 7a isoliert wurde. (Kieselgel, Äther/n-Hexan, 1:3).

Schmp: 183°C

^{1}H-NMR(60MHz, d_6-DMSO): 1.0-1.95(k, 6H); 2.0-2.8(k, 4H); 4.65(d, 1H); 5.95(m, 2H); 7.33 (m, 4H)

IR-Spektrum (KBr-Preßling): 3100-2500, 1725, 1690, 1600 1580, 1495, 1425 cm^{-1}

MS-Spektrum: m/e=(kein M^+), 164, 133, 91, 79

Reaktion von endo-endo-Tetracyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}]dodec-4-en-9-exo-ol (27) mit Essigsäure

Zu 5 g (28.4 mmol) Alkohol 27 und 50 ml Eisessig wurden 5 ml Schwefelsäure (konz.) zugetropft. Die Lösung verfärbte sich augenblicklich rotbraun. Es wurde noch eine Stunde gerührt, anschließend auf Eiswasser gegeben und mit Äther extrahiert. Nach dem Waschen der organischen Phase mit Hydrogencarbonatlösung, Trocknen und Abdampfen des Lösungsmittels verblieb ein weißer Feststoff, der als der Pentacyclus 29 identifiziert wurde.

Ausbeute: 1 g (22.2%)

Schmp: 158°C

^{1}H-NMR(60MHz, $CDCl_3$): 1.2-1.95(q, breit, 4H); 2.3(breit, 6H); 2.5(breit, 4H)

MS-Spektrum: m/e=158(M^+), 92, 79

Darstellung von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan-4-exo-brosylat

9.6 g (54.5 mmol) der Alkohole 27, 7a (Dechlorierungsprodukt von Endrin s.o.) wurden mit 12.2 g (55.1 mmol) Brosylchlorid in Pyridin unter Eiskühlung umgesetzt. Nach dem üblichen Aufarbeiten resultierte ein viskoses Öl, das mit n-Hexan versetzt wurde. Im Tiefkühlschrank fiel recht bald ein weißer Feststoff aus.

Ausbeute: 14.3 g (71.9%)

Schmp: 76°C

^{1}H-NMR(60MHz, $CDCl_3$): 1.05-1.70(k, 5H); 1.75(s, 2H); 1.90-2.50(k, 8H); 5.25(s, breit, 1H); 7.58(s, 4H)

IR-Spektrum (KBr-Preßling): 3080, 2985, 1580, 1475, 1370, 1190

MS-Spektrum: (kein M^+), 236/238, 158, 104

Hydrolyse von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan-4-exo-brosylat

9 g (24.9 mmol) Brosylat wurden in 420 ml Aceton aufgelöst, mit 6 g gepudertem Calciumcarbonat versetzt und unter Rückfluß gehalten. Dann wurden 380 ml heißes Wasser tropfenweise zugefügt, wobei eine Zusammenballung des Carbonats zu verhindern ist. Anschließend wurde 5 Tage bei 65°C gehalten. Nach dem Abfiltrieren und Abdestillieren des Acetons wurde ausgeäthert, die ätherische Phase mit Wasser und Hydrogencarbonat gewaschen und getrocknet. Nach dem Abziehen des Lösungsmittels verblieb ein Sirup, der mit n-Pentan versetzt wurde. Im Tiefkühlschrank fiel Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan-4-exo-ol (7a) als weißer Feststoff aus.

Ausbeute: 1.4 g (32.0%)

Schmp: 130°C

^{1}H-NMR-Spektrum(60MHz, $CDCl_3$): 0.80-1.77(k, 5H); 1.80-2.7(k, 8H); 4.53(s, breit, 1H)

MS-Spektrum: m/e=176(M^+), 158, 110, 91, 79

Die Darstellung der Derivate von 7a (Tab. 8) erfolgte nach den gängigen Methoden.

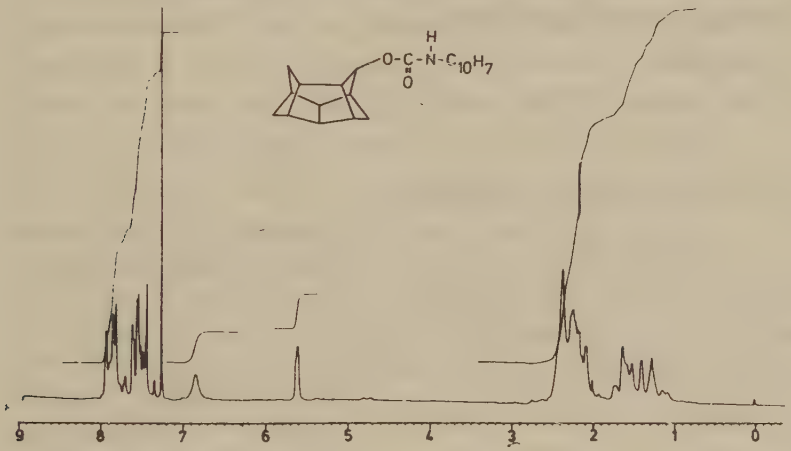
N-(1)-Naphthylcarbamat von Verbindung 7a

Schmp: 183°C

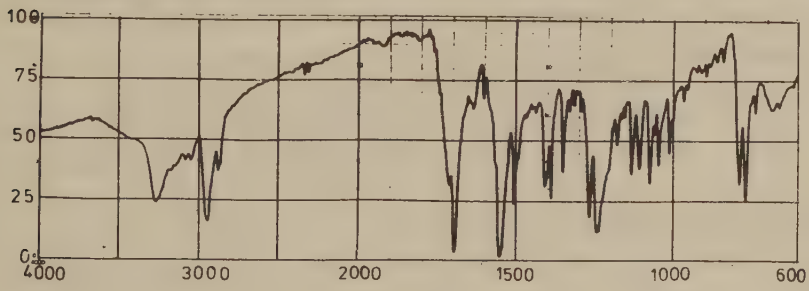
MS-Spektrum: m/e=345(M^+), 301, 169, 159, 143, 91, 79

Röntgenstrukturanalyse wurde durchgeführt

^{1}H-NMR-Spektrum(80MHz, $CDCl_3$)



IR-Spektrum (KBr-Preßling)



Hydrogenphthalat von Verbindung 7a

Schmp: 205°C

MS-Spektrum: m/e=(kein M^+), 203/205, 176, 158, 149

Röntgenstrukturanalyse wurde durchgeführt

3,5 Dinitrobenzoat von Verbindung 7a

Schmp: 159°C

MS-Spektrum: m/e=370(M^+), 304, 195, 175, 158

N-Phenylcarbamat von Verbindung 7a

Schmp: 121°C

MS-Spektrum: m/e=295(M^+), 251, 159, 79

Reaktion von Endrin (26) mit HCl

Zu einer Lösung von 31 g (81.4 mmol) Endrin in 150 ml Äther wurden 150 ml rauchende Salzsäure und 30 ml Wasser zugegeben. Es wurde 24 Stunden bei kräftigem Rühren unter Rückfluß gehalten. Anschließend konnte das hexachlorierte Pentacyclo[6.2.1.$1^{3,6}$.$0^{2,7}$.$0^{5,9}$]dodecan-4-on (30) abfiltriert werden.

Ausbeute: 21.5 g (69.3%)

^{1}H-NMR(60MHz, Benzol/d_6-Aceton): 1.20-1.80(m, 2H); 2.70 (s, breit, 1H); 3.00 (s, breit, 2H); 3.2(m, 2H); 5.25(s, 1H)

IR-Spektrum (KBr-Preßling): 1750 cm^{-1}

Reaktion von Keton 30 mit Lithium

Zu einer gerührten Lösung von 35 g (91.9 mol) Keton 30 in 86 g (1.162 mol) tert-Butanol und 450 ml abs. Tetrahydrofuran unter einer Argonatmosphäre wurden 16 g (2.319 mol) Lithiumgranulat zugefügt. Nach wenigen Minuten setzte eine heftige exotherme Reaktion ein, die durch Kühlen mit Eiswasser unter Kontrolle gehalten wurde. Nach ca. 10 Minuten konnte die Kühlung entfernt werden. Man ließ noch 30 Minuten nachreagieren und hielt anschließend 20 Stunden unter leichtem Rückfluß. Dann wurde auf 3 l Eis gegeben und ausgeäthert (6x250 ml). Nach dem Aufarbeiten verblieb ein hellroter Sirup, der in Äther aufgelöst über eine Kieselgelsäule geschickt wurde (Laufmittel: n-Pentan/Äther, 1:1). Der nach dem Abziehen der Lösungsmittel verbliebene zähe Rückstand wurde mit n-Pentan versetzt, woraufhin ein hellgelber Niederschlag von Hexacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}.0^{4,10}]dodecan-4-ol ausfiel. Umkristallisiert wurde aus einem Gemisch von n-Pentan und wenig Aceton.

Schmp: 194°C

^{1}H-NMR-Spektrum(60MHz, CCl_4): 1.23-1.90(m, 4H); 1.93-2.70 (k, 9H); 3.6(breit, 1H, konzentrationsabhängig)

IR-Spektrum (KBr-Preßling): 3260, 2940, 2860, 1450 cm^{-1}

MS-Spektrum: m/e=174(M^+), 108, 91, 79

Reduktion von Keton 30

22 g (57.8 mmol) Keton 30 wurden in 1000 ml Äther aufgelöst und portionsweise mit 2.5 g $LiAlH_4$ versetzt. Dann wurde 8 Stunden unter Rückfluß gehalten, mit Wasser versetzt und abfiltriert. Nach dem Aufarbeiten der ätherischen Phase verblieb ein hellgelber Feststoff. Dieser konnte durch Versetzen mit wenig Äther sehr gut gereinigt werden. Hierbei blieb der gewünschte Alkohol 32 ungelöst und konnte abfiltriert werden (weißer Feststoff).

Ausbeute: 15 g (68.0%)

Schmp: 256°C

^{1}H-NMR-Spektrum(60MHz, $CDCl_3$): 1.15-1.75(m, 2H); 2.60-3.30 (m, 5H); 4.12(breit, 1H); 7.25(s, 1H); 2.60(breit, 1H, konzentrationsabhängig)

Dechlorierung von 3,4,5,6,12,12-Hexachloro-pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan-10-endo-ol (32)

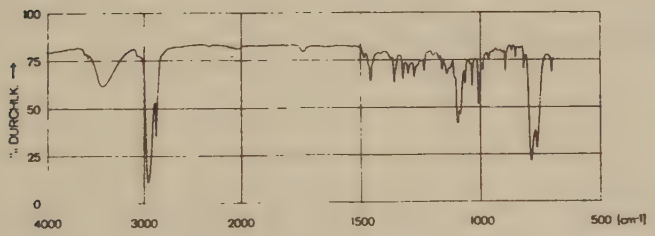
Zu einer gerührten Lösung von 12 g (31.5 mmol) Alkohol 32 in 45.3 g (0.612 mol) tert-Butanol und 150 ml Tetrahydrofuran unter einer Argonatmosphäre wurden 5.5 g (0.797 mol) Lithiumgranulat zugefügt. Nach wenigen Minuten setzte eine heftige exotherme Reaktion ein, die durch Kühlen mit Eiswasser unter Kontrolle gehalten wurde. Nach Beendigung der Reaktion wurde noch 2 Stunden unter Rückfluß gehalten und anschließend auf 1.5 l Eis gegeben. Nach dem Aufarbeiten verblieb ein viskoses hellgelbes Öl, das nicht zur Kri-

stallisation gebracht werden konnte. Filtration über eine Kieselgelsäule (Laufmittel:n-Hexan/Äther, 1:1) lieferte 3 g (54.2%) eines farblosen, niedrig schmelzenden Feststoffs. Die Reinigung von Pentacyclo[6.2.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{5,9}]dodecan-4-endo-ol 7b erfolgte über das saure Phthalat.

Schmp: 195°C

^{1}H-NMR-Spektrum(60MHz, $CDCl_3$): 0.70-1.75(k, 5H); 1.83-2.70 (k, 8H); 3.53(d, 1H); 3.97 (breit, 1H)

MS-Spektrum: m/e=176(M^+), 158, 110, 91, 79



IR-Spektrum (KBr-Preßling)

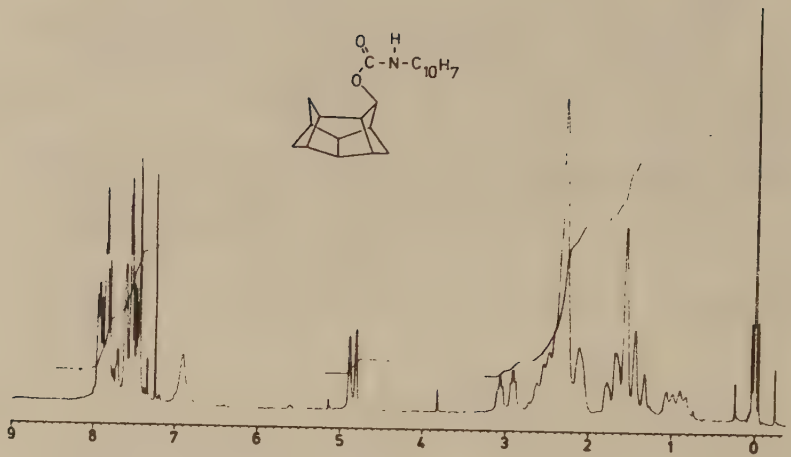
Die Darstellung der Derivate (Tab. 8) erfolgte nach den üblichen Methoden.

N-(1)-Naphthylcarbamat von Verbindung 7b

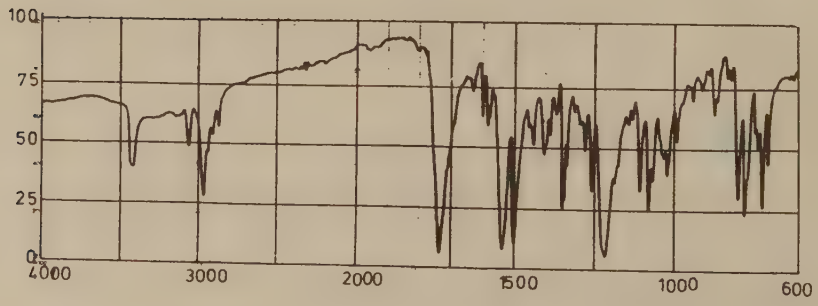
Schmp: 165°C

MS-Spektrum: m/e=345(M^+), 301, 169, 159, 143, 91, 71

Zellparameter in Tab. 8



^{1}H-NMR-Spektrum (80MHz, $CDCl_3$)



IR-Spektrum (KBr-Preßling)

3,5-Dinitrobenzoat von Verbindung 7b

Schmp: 139°C

MS-Spektrum: m/e=370(M^+), 304, 195, 158

Zellparameter in Tab. 8

Hydrogenphthalat von Verbindung 7b

Schmp: 180°C

MS-Spektrum: m/e=(kein M^+), 195, 158

6. Literaturverzeichnis

[1] A. Greenberg, J.F. Liebman, Strained Organic Molecules, Academic Press, New York 1978.

[2] T.T. Tidwell, Tetrahedron 34, 1855 (1978).

[3] O. Ermer, "Aspekte von Kraftfeldrechnungen", W. Baur Verlag, München 1981.

[4] K. Mislow, D.A. Dougherty, W.D. Hounshell, Bull. Soc. Chim. Belg. 87, 555 (1978).

[5] A.I. Kitaigorodsky, Chem. Soc. Rev. 7, 133 (1978).

[6] S.R. Niketić, K. Rasmussen, The Consistent Force Field: A Documentation. Lecture Notes in Chemistry, Vol. 3, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York 1977.

[7] J.D. Dunitz, H.-B. Bürgi, Int. Rev. Science, Phys. Chem., Ser. 2, Vol. 11, Butterworths, London 1976.

[8] O. Ermer, Structure and Bonding 27, 161 (1976).

[9] C. Altona, D.H. Faber, Fortschr. Chem. Forsch. 45, 1 (1974).

[10] E.M. Engler, J.D. Andose, P. v. R. Schleyer, J. Am. Chem. Soc 95, 8005 (1973).

[11] A.T. Hagler, P. Dauber, S. Lifson, J. Am. Chem. Soc. 101, 5131 (1979).

[12] A.T. Hagler, E. Huler, S. Lifson, J. Am. Chem. Soc. 96, 5319 (1974).

[13] A.T. Hagler, S. Lifson, J. Am. Chem. Soc. 96, 5327 (1974).

[14] M.I. Davis, T.W. Muecke, J. Phys. Chem. 74, 1104 (1970).

[15] B. Bak, J.J. Led, L. Nygaard, J. Rastrup-Anderson, G.O. Soerensen, J. Mol. Struct. 3, 369 (1969).

[16] siehe z.B. R. Destro, G. Filippini, C.M. Gramaccioli, M. Simonetta, Acta Crystallogr. B 25, 2465 (1969).

[17] H.-U. Wagner, G. Szeimies, J. Chandrasekhar, P.v.R. Schleyer, J.A. Pople , J.S. Binkley, J. Am. Chem. Soc. 100, 1210 (1978).

[18] J. Casanova, J. Bragin, F.D. Cottrell, J. Am. Chem. Soc. 100, 2264 (1978).

[19] M.E. Jason, J.A. McGinnety, K.B. Wiberg, J. Am. Chem. Soc. 96, 6531 (1974).

[20] J. Casanova, H.R. Rogers, J. Org. Chem. 39, 3803 (1974).

[21] M.E. Jason, J.A. McGinnety, Inorg. Chem. 14, 3025 (1975).

[22] J.M. Baraban, J.A. McGinnety, J. Am. Chem. Soc. 97, 4232 (1975).

[23] J.P. Visser, A.J. Schippereijn, J. Lukas, D. Bright, J.J. de Boer, Chem. Commum., 1266 (1971).

[24] G. Bombieri, E. Forsellini, C. Panattoni, R. Graziani, G. Bandoli, J. Chem. Soc. A, 1313 (1970).

[25] P. Bruck, D. Thompson, S. Winstein, Chem. Ind., 405 (1960).

[26] P. Bruck, D. Thompson, S. Winstein, Chem. Ind., 590 (1960).

[27] D. Kivelson, S. Winstein, P. Bruck, R.L. Hansen, J. Am. Chem. Soc. 83, 2938 (1960).

[28] L. de Vries, S. Winstein, J. Am. Chem. Soc. 83, 5363 (1960).

[29] S. Winstein, P. Carter, F.A.L. Anet, A.J.R. Bourn, J. Am. Chem. Soc 87, 5247 (1965).

[30] O. Ermer, Angew. Chem. 89, 833 (1977).

[31] K. Alder, F.H. Flock, P. Jansen, Chem. Ber. 89, 2689 (1965);

vergl. auch
P.D. Bartlett, A.J. Blakeney, M. Kimura, W.H. Watson, J. Am. Chem. Soc. 102, 1383 (1980).

[32] J.G. Martin, R.K. Hill, Chem. Rev. 61, 537 (1961).

[33] L.A. Paquette, R.V.C. Carr, M.C. Böhm, R. Gleiter, J. Am. Chem. Soc. 102, 1186 (1980);

M.C. Böhm, R.V.C. Carr, R. Gleiter, L.A. Paquette, J. Am. Chem. Soc. 102,7218 (1980).

[34] W.H. Watson, J. Galloy, P.D. Bartlett, A.A.M. Roof, J. Am. Chem. Soc. 103, 2022 (1981).

[35] M. Avanti, J.-P. Hagenbuch, C. Mahaim, P. Vogel, Tetrahedon Lett., 3167 (1980).

J.-P. Hagenbuch, P. Vogel, A.A. Pinkerton, D. Schwarzenbach, Helv. Chim. Acta 64, 1818 (1981).

[36] T. Sugimoto, Y. Kobuke, J. Furukawa, J. Org. Chem. 41, 1457 (1975).

[37] für die Intensitätsmessung sei Herrn Dr. C. Krüger, Mülheim, gedankt.

[38] D.T. Cromer, J.T. Waber, Acta Crystallogr. 18, 104 (1965).

[39] International Tables for X-Ray Crystallography, Vol. III, S. 202, 1968.

[40] G. Sheldrick, unveröffentlicht, 1976.

[41] A. Domenicano, P. Murray-Rust, Tetrahedron Lett., 2283 (1979);

A. Domenicano, P. Mazzeo, A. Vaciago, Tetrahedron Lett., 1029 (1976);

O.L. Carter, A.T. McPhail, G.A. Sim, J. Chem. Soc. A, 822 (1966).

[42] Die Messung der Intensitäten wurde an der Abteilung für Mineralogie der Ruhruniversität Bochum durchgeführt. Herrn Dr. W. Gebert sei hierfür gedankt.

[43] O. Ermer, Angew. Chem. 89, 665 (1977).

[44] O. Ermer, C.-D. Bödecker, Chem. Ber. 114, 652 (1981).

[45] S. Inagaki, H. Fujimoto, K. Fukui, J. Am. Chem. Soc. 98, 4054 (1976).

[46] P.D. Bartlett, A.A.M. Roof, W.J. Winter, J. Am. Chem. Soc. 103, 6520 (1981).

[47] R. Gleiter, J. Spanget-Larsen, Tetrahedron Lett. 927 (1982).

[48] Wir danken der Shell Chemie, Holland, Amsterdam, für eine großzügige Chemikalienspende.

[49] S.B. Soloway, A.M. Damiana, J.W. Sims, J. Bluestone, R.E. Lidov, J. Am. Chem. Soc. 83, 5377 (1960).

[50] D.C. Dong, J.T. Edward, J. Org. Chem. 45, 2395 (1981).

[51] P.-T. Cheng, S.C. Nyburg, C. Thankachan, T.T. Tidwell, Angew. Chem. 89, 659 (1977);

P.-T. Cheng, S.C. Nyburg, Acta Crystallogr. B 34, 3001 (1978).

[52] W. Littke, U. Drück. Angew. Chem. 91, 434 (1979).

[53] C. Altona, M. Sundaralingam, Acta Crystallogr. B 28, 1806 (1972).

[54] O. Ermer, N. Beier, unveröffentlicht.

[55] O. Ermer, Helv. Chim. Acta 64, 1902 (1981).

[56] L. Leiserowitz, Acta Crystallogr. B 32, 775 (1975).

[57] J.D. Dunitz, X-Ray Analysis and the Structure of Organic Molecules, Cornell University Press, Ithaca 1979.

[58] D.W.J. Cruickshank, Acta Crystallogr. 9, 747, 754 (1965);

V. Schomaker, K.N. Trueblood, Acta Crystallogr. B 24, 63 (1967).

[59] a) L. Leiserowitz, M. Tuval, Acta Crystallogr. B 33, 1230 (1977);

b) L. Leiserowitz, F. Nader, Acta Crystallogr. B 33, 2719 (1977).

[60] R.F. Stewart, E.R. Davidson, W.T. Simpson, J. Chem. Phys. 42, 3175 (1965).

[61] P. Coppens, M.T.P., Int. Rev. Sci., Ser II, Bd. 11, 21 (1975).

[62] O. Ermer, Tetrahedron, 30, 3103 (1974).

7. Anhang, Liste der beobachteten und berechneten Strukturamplituden

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR TCCE

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
2	0	0	2592	-2042	0	10	0	375	298	3	2	1	353	384	7	7	1	78	-75	8	13	1	65	-27
4	0	0	177	181	2	10	0	264	-246	4	2	1	131	-119	9	7	1	116	111	0	14	1	109	-114
6	0	0	182	-173	4	10	0	187	-205	5	2	1	261	246	0	8	1	408	424	2	14	1	92	126
8	0	0	88	-58	2	11	0	674	-697	6	2	1	311	317	1	8	1	505	526	4	14	1	68	-76
2	1	0	1589	-1614	4	11	0	392	410	7	2	1	168	-182	2	8	1	662	614	6	14	1	169	176
4	1	0	407	-410	0	12	0	61	-79	9	2	1	66	89	4	8	1	677	-635	9	14	1	64	58
6	1	0	257	234	2	12	0	74	24	1	3	1	104	-81	5	8	1	270	-250	1	15	1	74	87
12	1	0	58	28	4	12	0	583	551	2	3	1	211	200	6	8	1	44	-97	2	15	1	48	32
0	2	0	160	183	6	12	0	295	-230	3	3	1	201	206	7	8	1	72	59	0	16	1	284	245
2	2	0	160	-152	8	12	0	120	120	4	3	1	484	484	9	8	1	74	70	1	16	1	175	-241
4	2	0	68	62	2	13	0	74	44	5	3	1	77	67	11	8	1	63	-63	2	16	1	92	3
6	2	0	406	393	4	13	0	331	-337	6	3	1	457	-450	1	9	1	288	-324	3	16	1	55	100
8	2	0	128	-129	6	13	0	111	86	7	3	1	110	-89	2	9	1	678	-697	4	16	1	161	136
2	3	0	1680	1687	0	14	0	137	-137	10	3	1	96	-83	3	9	1	279	299	6	16	1	180	-178
4	3	0	262	-246	2	14	0	160	165	0	4	1	2606	2729	4	9	1	126	120	3	17	1	117	104
6	3	0	239	236	4	14	0	292	-321	1	4	1	2066	2134	5	9	1	115	-135	5	17	1	139	-130
8	3	0	191	178	6	14	0	170	171	2	4	1	999	-968	6	9	1	165	-168	7	17	1	79	79
12	3	0	74	61	2	15	0	184	-161	3	4	1	324	358	7	9	1	78	92	0	18	1	114	99
0	4	0	178	195	6	15	0	433	410	4	4	1	389	344	8	9	1	161	135	1	18	1	76	64
2	4	0	768	719	8	15	0	176	-135	5	4	1	435	-459	0	10	1	428	383	5	18	1	66	-73
4	4	0	385	-334	0	16	0	145	-154	6	4	1	56	47	1	10	1	262	264	7	18	1	140	126
6	4	0	405	368	4	16	0	211	224	7	4	1	181	166	2	10	1	634	-665	3	19	1	120	-134
10	4	0	86	-90	8	16	0	104	-103	8	4	1	82	75	3	10	1	309	-324	6	19	1	137	130
12	4	0	69	-42	2	17	0	69	-34	11	4	1	84	42	4	10	1	443	441	7	19	1	118	101
2	5	0	463	-434	4	17	0	354	372	1	5	1	966	966	6	10	1	106	-100	0	20	1	130	-162
4	5	0	436	-439	6	17	0	83	-106	2	5	1	210	-201	7	10	1	147	143	3	20	1	92	-80
6	5	0	130	108	8	17	0	78	-83	3	5	1	796	-756	9	10	1	97	-80	5	20	1	99	100
8	5	0	176	166	0	18	0	236	241	4	5	1	39	-32	1	11	1	502	-489	6	20	1	59	45
0	6	0	832	849	2	18	0	209	-221	5	5	1	77	-80	2	11	1	322	299	0	22	1	56	57
2	6	0	2202	-2242	6	18	0	110	-125	6	5	1	153	148	3	11	1	319	298	2	22	1	79	-43
4	6	0	882	881	2	19	0	75	-70	7	5	1	112	-108	4	11	1	47	73	3	22	1	70	58
6	6	0	61	-77	6	19	0	60	45	9	5	1	67	82	5	11	1	186	192	0	0	2	580	601
8	6	0	57	-41	4	20	0	78	-70	10	5	1	131	-121	6	11	1	141	-139	1	0	2	1005	-978
10	6	0	67	-62	0	22	0	72	-66	0	6	1	244	230	9	11	1	86	-75	2	0	2	642	-649
2	7	0	1345	1334	2	22	0	75	67	1	6	1	932	-881	0	12	1	359	354	3	0	2	666	-719
4	7	0	208	241	4	22	0	133	-94	2	6	1	177	-170	1	12	1	131	105	4	0	2	255	-265
6	7	0	230	208	0	24	0	78	93	4	6	1	275	261	2	12	1	259	-271	5	0	2	434	435
8	7	0	190	-198	1	1	1	91	86	5	6	1	219	-226	3	12	1	182	186	6	0	2	287	281
10	7	0	81	37	2	1	1	1263	-1255	6	6	1	168	167	4	12	1	41	-54	7	0	2	202	-206
12	7	0	56	5	3	1	1	294	290	7	6	1	104	82	6	12	1	140	147	9	0	2	77	-64
0	8	0	431	448	4	1	1	227	-212	8	6	1	155	-126	7	12	1	90	-88	10	0	2	102	-126
2	8	0	455	451	5	1	1	142	138	9	6	1	103	98	8	12	1	70	-77	11	0	2	153	-138
6	8	0	161	-167	6	1	1	314	-328	1	7	1	800	-821	2	13	1	261	245	1	1	2	586	605
8	8	0	245	-248	7	1	1	123	96	2	7	1	415	438	3	13	1	293	299	2	1	2	1056	-1045
2	9	0	929	913	11	1	1	58	-24	3	7	1	802	842	4	13	1	308	-317	3	1	2	98	-108
4	9	0	426	-413	0	2	1	414	-464	4	7	1	167	-163	5	13	1	105	-100	4	1	2	317	305
8	9	0	237	-223	1	2	1	1061	1037	5	7	1	361	-370	6	13	1	190	194	5	1	2	237	213
10	9	0	74	47	2	2	1	970	1032	6	7	1	99	-80	7	13	1	82	-98	6	1	2	353	-327

H	K	L	10FO	10FC
7	1	2	222	-226
8	1	2	96	-97
0	2	2	83	76
1	2	2	643	-635
2	2	2	879	-864
3	2	2	379	351
4	2	2	406	-391
5	2	2	201	-186
6	2	2	166	-162
7	2	2	59	-48
8	2	2	201	196
9	2	2	210	-205
1	3	2	1277	1270
2	3	2	416	-417
4	3	2	155	143
5	3	2	70	-67
6	3	2	47	-79
7	3	2	150	-167
8	3	2	147	134
10	3	2	57	-73
11	3	2	88	84
0	4	2	1110	1079
1	4	2	991	-1030
2	4	2	296	-287
3	4	2	92	-74
6	4	2	130	151
8	4	2	107	-95
11	4	2	89	86
1	5	2	335	-323
2	5	2	268	284
3	5	2	539	503
4	5	2	339	-309
5	5	2	42	27
6	5	2	123	-141
7	5	2	90	65
8	5	2	108	-88
9	5	2	94	93
11	5	2	130	-127
0	6	2	823	-852
1	6	2	264	-290
2	6	2	294	-270
3	6	2	288	-279
4	6	2	171	-170
5	6	2	187	170
6	6	2	164	152
7	6	2	187	-169
9	6	2	212	223
1	7	2	86	-73
2	7	2	302	326
3	7	2	201	-197
5	7	2	136	133
6	7	2	69	84
7	7	2	92	94
8	7	2	110	-86
9	7	2	160	158
10	7	2	113	133
11	7	2	96	-87
1	8	2	45	31
2	8	2	59	57
1	8	2	202	185
4	8	2	383	382
5	8	2	98	-92
6	8	2	130	-136
7	8	2	130	121
8	8	2	91	111
1	9	2	200	184
2	9	2	179	-177
3	9	2	409	-405
4	9	2	176	-168
5	9	2	57	47
6	9	2	206	-192
7	9	2	64	-36
12	9	2	65	-4
0	10	2	351	336
1	10	2	72	125
2	10	2	508	-459
3	10	2	226	188
4	10	2	102	114
5	10	2	72	83
2	11	2	245	-240
4	11	2	369	350
5	11	2	98	-93
6	11	2	129	-141
7	11	2	179	-164
2	12	2	327	318
4	12	2	103	-86
5	12	2	71	86
6	12	2	78	-77
7	12	2	177	-180
11	12	2	66	-51
1	13	2	69	59
2	13	2	195	-201
3	13	2	56	-33
7	13	2	150	-139
8	13	2	83	-69
9	13	2	64	43
0	14	2	98	-28
1	14	2	150	-129
2	14	2	234	-190
3	14	2	161	-178
5	1.	2	124	-96
6	14	2	92	92
1	15	2	141	-108
2	1.	2	165	-145
3	15	2	146	134
4	15	2	105	102
5	1	2	87	79
8	15	2	72	-52
0	16	2	328	309
1	16	2	210	213
2	16	2	141	-117
4	16	2	77	63
5	1.	2	104	-109
8	1	2	90	-72
2	1.	2	138	-128
4	17	2	91	-84
0	18	2	53	51
1	18	2	108	107
2	18	2	84	-67
5	19	2	112	110
0	20	2	183	145
5	20	2	94	90
6	20	2	62	-19
5	21	2	64	-84
3	22	2	88	-63
0	24	2	92	62
1	1	3	519	-573
2	1	3	585	566
3	1	3	400	-387
4	1	3	241	-218
5	1	3	224	-239
6	1	3	99	98
7	1	3	93	88
9	1	3	173	-150
11	1	3	155	137
0	2	3	535	-519
1	2	3	394	-323
2	2	3	250	274
3	2	3	352	-373
4	2	3	132	-148
5	2	3	471	-433
7	2	3	150	141
8	2	3	304	299
9	2	3	59	-28
12	2	3	89	-86
1	3	3	398	-401
2	3	3	137	152
3	3	3	428	444
4	3	3	60	71
5	3	3	435	-440
7	3	3	83	68
8	3	3	317	295
10	3	3	299	-294
12	3	3	102	102
0	4	3	252	-249
1	4	3	539	545
2	4	3	216	247
3	4	3	294	-294
4	4	3	168	-172
5	4	3	190	-163
6	4	3	101	112
7	4	3	130	-128
8	4	3	146	135
9	4	3	115	122
10	4	3	69	-57
11	4	3	78	-77
1	5	3	108	-90
2	5	3	415	397
3	5	3	64	84
4	5	3	105	90
5	5	3	200	185
6	5	3	182	186
7	5	3	176	156
0	6	3	1083	1119
1	6	3	366	-355
2	6	3	375	-379
3	6	3	656	628
4	6	3	88	-75
5	6	3	90	-93
6	6	3	118	-122
8	6	3	106	115
9	6	3	173	-169
11	6	3	64	-46
1	7	3	182	-180
2	7	3	173	-166
3	7	3	366	346
4	7	3	176	160
5	7	3	108	-92
6	7	3	50	63
7	7	3	104	88
8	7	3	92	30
0	8	3	78	-69
1	8	3	260	-270
2	8	3	253	-282
3	8	3	250	284
5	8	3	325	-317
6	8	3	71	66
7	8	3	252	264
8	8	3	78	-68
9	8	3	90	-76
1	9	3	67	26
3	9	3	339	327
4	9	3	179	170
5	9	3	298	-301
6	9	3	264	-233
7	9	3	165	153
8	9	3	184	149
0	10	3	422	-387
1	10	3	122	-115
3	10	3	204	-176
4	10	3	118	-120
5	10	3	164	138
7	10	3	148	-102
8	10	3	139	154
9	10	3	111	90
2	11	3	219	219
3	11	3	168	150
4	11	3	252	-236
5	11	3	246	-244
7	11	3	138	-137
10	11	3	77	70
0	12	3	81	-81
1	12	3	273	-226
2	12	3	236	-207
3	12	3	41	-28
4	12	3	49	19
8	12	3	82	91
9	12	3	126	128
1	13	3	185	-191
2	13	3	160	162
5	13	3	106	97
6	13	3	114	-102
0	14	3	203	213
1	14	3	132	-103
2	14	3	139	-111
3	14	3	202	159
4	14	3	112	-104
5	14	3	115	-103
6	14	3	168	181
8	14	3	91	-112

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
9	14	3	79	-68	1	3	4	900	-867	8	8	4	116	135	7	16	4	64	-21	4	4	5	777	-765
3	15	3	98	-82	2	3	4	1083	1036	1	9	4	48	30	8	16	4	58	39	5	4	5	114	-127
4	15	3	207	182	3	3	4	50	33	2	9	4	157	171	1	17	4	94	-84	6	4	5	115	100
6	15	3	152	-134	4	3	4	66	-40	3	9	4	53	47	2	17	4	51	23	7	4	5	157	163
0	16	3	146	123	5	3	4	187	181	4	9	4	130	-142	4	17	4	132	-111	9	4	5	73	-46
1	16	3	155	-154	7	3	4	79	68	5	9	4	118	-92	0	18	4	90	98	2	5	5	415	-373
2	16	3	104	-72	10	3	4	180	-183	7	9	4	127	137	2	18	4	185	-166	3	5	5	194	188
4	17	3	124	-120	0	4	4	1117	1058	8	9	4	104	87	5	18	4	94	-100	4	5	5	373	-348
6	17	3	101	97	1	4	4	109	-103	9	9	4	82	47	6	18	4	95	96	5	5	5	90	-68
0	18	3	64	-21	2	4	4	478	478	0	10	4	138	125	3	19	4	60	-51	6	5	5	115	119
1	18	3	62	-52	3	4	4	123	111	1	10	4	121	-131	4	19	4	103	85	7	5	5	156	125
3	18	3	90	49	4	4	4	102	-109	2	10	4	433	-459	0	20	4	115	108	8	5	5	59	39
4	19	3	115	86	5	4	4	328	288	3	10	4	280	-279	3	20	4	67	-69	10	5	5	98	-86
1	19	3	135	121	6	4	4	44	-46	4	10	4	172	181	3	21	4	95	##	0	6	5	104	-106
0	20	3	##	-83	7	4	4	178	-163	5	10	4	186	180	2	22	4	67	-45	1	6	5	39	37
5	21	3	69	55	8	4	4	119	-110	7	10	4	138	-98	4	22	4	##	40	2	6	5	74	75
1	22	3	66	54	1	5	4	210	227	8	10	4	216	246	1	1	5	638	603	5	6	5	120	-138
0	24	3	109	47	2	5	4	159	-164	9	10	4	128	108	2	1	5	404	409	6	6	5	53	75
0	0	4	914	902	3	5	4	167	180	1	11	4	102	-63	3	1	5	71	-72	7	6	5	360	365
1	0	4	432	448	4	5	4	420	-394	2	11	4	222	211	4	1	5	410	371	9	6	5	203	-199
2	0	4	453	-425	5	5	4	336	-321	4	11	4	131	119	5	1	5	113	-88	1	7	5	209	224
3	0	4	190	203	6	5	4	186	178	6	11	4	227	240	6	1	5	158	-147	2	7	5	165	-150
4	0	4	96	102	8	5	4	165	-167	0	12	4	183	-172	8	1	5	73	36	3	7	5	130	161
5	0	4	471	416	0	6	4	272	-307	1	12	4	272	-265	9	1	5	220	-218	4	7	5	73	-36
6	0	4	331	301	1	6	4	59	50	2	12	4	###	162	11	1	5	134	122	6	7	5	182	-172
7	0	4	107	104	2	6	4	432	436	3	12	4	101	98	0	2	5	1015	1038	8	7	5	71	56
8	0	4	69	31	3	6	4	260	241	5	12	4	##	-87	1	2	5	183	173	9	7	5	100	-86
9	0	4	226	-239	4	6	4	84	-77	7	12	4	64	87	2	2	5	493	-507	0	8	5	54	-32
12	0	4	##	-71	5	6	4	208	-189	8	12	4	118	91	3	2	5	483	-483	2	8	5	205	-202
1	1	4	168	-179	6	6	4	55	-75	1	13	4	##	-82	4	2	5	##	-48	3	8	5	357	330
2	1	4	179	-187	9	6	4	88	-108	3	13	4	124	65	5	2	5	380	392	4	8	5	265	264
3	1	4	41	17	11	6	4	81	77	4	13	4	###	219	6	2	5	163	-180	5	8	5	87	77
5	1	4	82	63	1	7	4	79	-63	6	13	4	216	-232	7	2	5	105	-96	6	8	5	143	173
6	1	4	105	-109	2	7	4	280	-288	7	13	4	84	-62	9	2	5	##	46	7	8	5	103	-75
7	1	4	109	-84	3	7	4	101	86	8	13	4	##	50	1	3	5	115	-90	8	8	5	99	79
8	1	4	82	114	4	7	4	104	67	3	14	4	76	92	2	3	5	100	-108	10	8	5	114	-97
10	1	4	327	-340	5	7	4	216	-180	4	14	4	242	-225	3	3	5	##	-47	1	9	5	406	371
12	1	4	116	125	8	7	4	253	279	7	14	4	##	-47	4	3	5	424	-429	2	9	5	178	173
0	2	4	188	-197	9	7	4	116	114	1	15	4	191	-191	5	3	5	279	260	4	9	5	141	136
1	2	4	346	-324	10	7	4	67	-64	2	15	4	163	-164	6	3	5	126	140	5	9	5	239	-249
2	2	4	697	-716	12	7	4	56	48	3	15	4	177	139	8	3	5	73	-95	6	9	5	73	87
3	2	4	469	-441	0	8	4	262	259	4	15	4	91	87	9	3	5	147	-141	7	9	5	114	100
4	2	4	283	287	1	8	4	262	265	5	15	4	##	-39	10	3	5	139	173	8	9	5	179	-176
5	2	4	323	291	3	8	4	173	156	0	16	4	79	91	12	3	5	74	-86	9	9	5	98	-80
6	2	4	83	52	4	8	4	422	437	1	16	4	91	123	0	4	5	97	-82	0	10	5	98	103
7	2	4	109	148	5	8	4	109	112	2	16	4	136	-130	1	4	5	250	-252	1	10	5	353	-354
8	2	4	192	-192	6	8	4	73	-112	4	16	4	159	181	2	4	5	349	354	2	10	5	304	310
12	2	4	59	59	7	8	4	64	-40	6	16	4	168	-174	3	4	5	169	167	3	10	5	69	65

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
5	10	5	147	164	6	0	6	509	-488	3	6	6	103	-120	2	15	6	84	74	3	6	7	332	-350
6	10	5	93	109	9	0	6	112	115	5	6	6	58	-37	1	16	6	156	152	4	6	7	158	148
8	10	5	116	-130	1	1	6	170	173	6	6	6	96	-117	2	16	6	91	83	7	6	7	147	112
1	11	5	134	-155	2	1	6	85	74	7	6	6	219	-201	2	17	6	198	174	8	6	7	131	126
2	11	5	145	148	3	1	6	166	-151	11	6	6	58	33	5	17	6	94	-92	10	6	7	55	-17
3	11	5	199	177	4	1	6	458	-450	1	7	6	238	243	0	18	6	171	157	1	7	7	288	-292
5	11	5	131	-122	5	1	6	229	223	2	7	6	287	278	2	18	6	122	-152	2	7	7	356	-337
6	11	5	190	-172	6	1	6	94	94	3	7	6	168	-179	2	19	6	64	-27	3	7	7	230	-237
7	11	5	79	58	7	1	6	115	-114	4	7	6	198	-160	6	19	6	56	-10	5	7	7	112	101
8	11	5	93	88	0	2	6	382	-418	5	7	6	48	-34	2	20	6	78	-85	6	7	7	114	125
0	12	5	268	264	1	2	6	280	-262	6	7	6	281	250	4	22	6	64	-62	10	7	7	80	-39
1	12	5	143	115	2	2	6	616	-589	8	7	6	158	-168	1	1	7	87	-89	0	8	7	359	-359
2	12	5	102	76	3	2	6	464	-467	0	8	6	501	490	2	1	7	583	561	1	8	7	128	148
3	12	5	104	-91	4	2	6	399	398	1	8	6	462	-421	3	1	7	214	-228	3	8	7	217	-210
4	12	5	160	-183	6	2	6	91	-29	2	8	6	87	-18	4	1	7	416	-412	4	8	7	192	178
6	12	5	122	126	7	2	6	122	-98	4	8	6	154	161	5	1	7	235	248	6	8	7	170	-179
7	12	5	58	49	10	2	6	63	35	6	8	6	309	-281	7	1	7	149	130	7	8	7	92	-98
8	12	5	81	-53	1	3	6	816	-824	7	8	6	175	-142	0	2	7	634	595	1	9	7	70	-46
2	13	5	140	131	2	3	6	198	177	8	8	6	118	96	1	2	7	585	540	2	9	7	91	87
5	13	5	81	-78	3	3	6	141	122	9	8	6	83	71	2	2	7	48	49	5	9	7	263	-256
6	13	5	90	-64	4	3	6	352	317	1	9	6	413	436	3	2	7	399	-358	6	9	7	61	-28
8	13	5	59	59	5	3	6	73	71	2	9	6	129	-129	4	2	7	131	-119	7	9	7	239	235
9	13	5	94	102	6	3	6	71	73	3	9	6	157	138	5	2	7	384	354	0	10	7	161	-148
0	14	5	311	314	7	3	6	64	45	4	9	6	112	-93	6	2	7	127	-119	1	10	7	310	-302
1	14	5	156	-157	8	3	6	104	115	5	9	6	248	-221	1	3	7	160	-148	2	10	7	270	269
3	14	5	107	109	10	3	6	80	-69	0	10	6	409	-406	2	3	7	287	-260	3	10	7	155	-162
4	14	5	75	-77	0	4	6	115	111	1	10	6	166	197	4	3	7	288	268	4	10	7	183	-184
1	15	5	94	-30	1	4	6	777	810	2	10	6	99	84	6	3	7	87	-81	6	10	7	103	110
4	15	5	134	-171	2	4	6	139	136	3	10	6	447	-445	9	3	7	61	-25	7	10	7	115	-119
6	15	5	129	131	3	4	6	230	233	6	10	6	100	-76	0	4	7	965	-948	8	10	7	78	-90
0	16	5	191	-160	5	4	6	135	139	8	10	6	105	91	1	4	7	303	-327	1	11	7	113	-107
1	16	5	167	-141	6	4	6	86	69	3	11	6	70	47	2	4	7	625	599	3	11	7	59	73
3	16	5	265	257	7	4	6	105	-77	6	11	6	84	-82	3	4	7	228	221	4	11	7	178	170
6	16	5	82	64	8	4	6	99	-88	7	11	6	115	87	4	4	7	121	-122	7	11	7	94	84
3	17	5	70	-84	9	4	6	137	-145	8	11	6	75	88	5	4	7	117	112	8	11	7	94	-108
4	17	5	67	46	10	4	6	75	62	0	12	6	327	326	6	4	7	87	-84	0	12	7	160	195
0	18	5	99	-58	12	4	6	60	-11	5	12	6	114	95	7	4	7	52	1	3	12	7	100	109
3	18	5	75	44	1	5	6	97	-88	6	12	6	70	100	9	4	7	64	-38	5	12	7	57	77
4	18	5	79	-46	2	5	6	510	-525	2	13	6	122	-117	1	5	7	101	106	7	12	7	205	-182
7	18	5	79	-57	3	5	6	274	262	3	13	6	79	82	2	5	7	36	-25	1	13	7	289	252
2	19	5	84	-71	4	5	6	136	-138	5	13	6	115	131	3	5	7	129	-133	2	13	7	196	-200
2	21	5	71	64	5	5	6	165	-156	6	13	6	80	-75	4	5	7	113	-127	3	13	7	164	-162
0	0	6	191	183	6	5	6	58	-76	7	13	6	71	45	5	5	7	177	-183	4	13	7	101	78
1	0	6	71	66	8	5	6	109	98	10	13	6	114	74	7	5	7	137	-163	0	14	7	106	-101
2	0	6	324	347	9	5	6	108	-114	0	14	6	189	157	9	5	7	96	95	3	14	7	111	-97
3	0	6	806	-778	0	6	6	561	-515	1	14	6	83	-103	0	6	7	75	-53	5	14	7	83	60
4	0	6	615	587	1	6	6	94	129	2	14	6	115	-106	1	6	7	256	-262	7	14	7	72	-49
5	0	6	248	210	2	6	6	308	-302	3	14	6	125	132	2	6	7	335	-332	8	14	7	127	101

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
1	15	7	60	22	5	4	8	160	-189	6	11	8	107	66	3	2	9	185	-214	10	8	9	83	93
4	15	7	64	-117	6	4	8	93	88	9	11	8	85	71	4	2	9	71	54	2	9	9	293	-260
7	15	7	74	55	7	4	8	309	321	0	12	8	96	-98	5	2	9	112	128	3	9	9	99	-115
0	16	7	121	153	1	5	8	48	-12	3	12	8	79	-111	6	2	9	434	410	6	9	9	92	119
1	16	7	82	-101	2	5	8	176	178	4	12	8	282	264	7	2	9	111	92	7	9	9	##	59
4	16	7	154	-150	4	5	8	174	-168	5	12	8	142	145	8	2	9	200	-161	8	9	9	130	106
2	17	7	93	-68	5	5	8	267	272	6	12	8	171	-137	1	3	9	295	298	1	10	9	242	233
4	17	7	68	49	6	5	8	149	146	2	13	8	242	240	2	3	9	48	52	2	10	9	300	-307
1	19	7	83	-105	7	5	8	107	-110	4	13	8	153	-134	3	3	9	256	-262	4	10	9	224	254
1	20	7	100	76	10	5	8	80	-69	5	13	8	87	-72	4	3	9	152	149	5	10	9	88	107
0	22	7	118	-117	0	6	8	290	-296	6	13	8	73	-90	5	3	9	297	289	2	11	9	196	-136
1	22	7	76	68	1	6	8	401	392	0	14	8	173	-192	6	3	9	131	-119	3	11	9	77	49
2	22	7	75	76	2	6	8	376	-393	1	14	8	101	-57	7	3	9	267	-275	4	11	9	##	6
0	0	8	1300	1219	3	6	8	127	-98	2	14	8	102	93	0	4	9	130	118	5	11	9	208	-184
1	0	8	950	909	4	6	8	180	190	3	14	8	87	-92	1	4	9	189	154	1	12	9	219	166
2	0	8	489	-470	5	6	8	64	40	4	14	8	141	-170	2	4	9	118	-94	2	12	9	101	-80
3	0	8	245	-238	6	6	8	193	-211	6	14	8	##	122	3	4	9	64	-42	3	12	9	149	-133
4	0	8	491	496	8	6	8	160	146	8	14	8	115	76	4	4	9	309	296	4	12	9	84	-79
5	0	8	64	11	1	7	8	166	-164	3	15	8	##	-79	6	4	9	200	-199	5	12	9	118	137
6	0	8	205	-217	2	7	8	288	285	5	15	8	62	69	7	4	9	145	120	2	13	9	102	-94
1	1	8	63	-48	3	7	8	46	-34	7	15	8	##	61	8	4	9	136	161	4	13	9	87	106
2	1	8	474	-461	6	7	8	281	272	1	16	8	106	-80	1	5	9	173	189	5	13	9	55	-8
3	1	8	224	205	7	7	8	140	104	3	16	8	85	95	4	5	9	140	127	7	13	9	71	23
4	1	8	262	-254	9	7	8	72	-47	7	16	8	69	-43	6	5	9	79	84	8	13	9	95	-88
5	1	8	90	-80	11	7	8	74	66	2	17	8	118	83	7	5	9	84	89	1	14	9	223	-254
6	1	8	105	92	0	8	8	145	150	3	17	8	64	-44	9	5	9	155	-127	3	14	9	165	169
7	1	8	112	103	1	8	8	193	-134	6	17	8	70	-75	0	6	9	48	-31	2	15	9	148	143
9	1	8	123	-86	2	8	8	92	-75	0	18	8	287	301	1	6	9	54	-76	4	15	9	59	-73
0	2	8	149	-135	3	8	8	90	87	2	18	8	144	-143	2	6	9	97	100	0	16	9	249	197
2	2	8	401	-391	4	8	8	90	118	3	18	8	122	-101	4	6	9	271	249	1	16	9	155	-164
3	2	8	269	276	5	8	8	240	226	6	18	8	74	-48	5	6	9	145	146	2	16	9	157	-142
4	2	8	375	394	6	8	8	71	-76	0	20	8	##	-52	6	6	9	187	-186	4	16	9	76	61
5	2	8	115	-123	9	8	8	72	43	1	20	8	157	158	7	6	9	61	-5	1	17	9	144	-116
6	2	8	74	-81	1	9	8	218	-246	4	20	8	59	-31	8	6	9	67	-39	3	17	9	148	136
8	2	8	219	-183	2	9	8	94	-108	3	21	8	87	-78	10	6	9	59	5	0	18	9	73	28
10	2	8	97	92	3	9	8	225	218	0	22	8	99	-79	1	7	9	162	-139	1	18	9	156	169
1	3	8	194	-187	4	9	8	96	-62	1	22	8	109	-114	3	7	9	324	322	2	19	9	59	-71
2	3	8	219	203	5	9	8	145	-148	1	1	9	##	91	4	7	9	311	274	0	20	9	##	-82
3	3	8	379	359	9	9	8	65	90	2	1	9	141	-139	5	7	9	90	-61	0	0	10	55	53
4	3	8	217	-208	0	10	8	186	175	3	1	9	81	-88	6	7	9	97	-103	1	0	10	233	225
5	3	8	156	-145	1	10	8	63	-45	4	1	9	107	101	0	8	9	48	-22	2	0	10	57	50
6	3	8	79	-94	2	10	8	56	-46	5	1	9	69	-73	2	8	9	71	26	3	0	10	312	314
8	3	8	178	168	4	10	8	160	-165	6	1	9	171	-151	3	8	9	156	165	6	0	10	315	312
9	3	8	81	126	6	10	8	135	-141	7	1	9	207	197	4	8	9	104	-105	7	0	10	121	-74
0	4	8	147	130	2	11	8	129	-136	8	1	9	90	128	5	8	9	236	-227	8	0	10	230	-247
2	4	8	125	115	3	11	8	240	-242	9	1	9	99	-97	6	8	9	85	-108	11	0	10	##	-106
3	4	8	258	272	4	11	8	158	-105	0	2	9	275	-274	7	8	9	117	111	1	1	10	248	236
4	4	8	91	-97	5	11	8	56	83	1	2	9	187	174	8	8	9	73	-21	2	1	10	123	113

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
4	1	10	104	120	5	9	10	109	88	1	5	11	149	-132	8	0	12	93	88	2	11	12	104	-106
5	1	10	92	74	0	10	10	174	-143	4	5	11	114	101	1	1	12	122	120	3	11	12	94	77
6	1	10	125	-127	2	10	10	76	-110	5	5	11	145	186	2	1	12	203	-217	4	11	12	113	64
7	1	10	174	-184	3	10	10	97	-107	6	5	11	103	-88	4	1	12	122	140	7	11	12	96	84
8	1	10	158	-160	4	10	10	167	159	7	5	11	101	91	5	1	12	51	-70	0	12	12	241	-234
0	2	10	132	121	5	10	10	85	76	8	5	11	102	-102	0	2	12	253	-255	1	12	12	208	-199
2	2	10	188	-164	6	10	10	57	-40	0	6	11	199	180	1	2	12	462	465	3	12	12	205	206
4	2	10	88	91	1	11	10	93	81	1	6	11	193	-208	2	2	12	168	-164	4	12	12	149	159
5	2	10	247	-256	2	11	10	149	-128	3	6	11	117	131	3	2	12	361	-358	2	13	12	84	97
6	2	10	189	-222	3	11	10	162	-118	6	6	11	81	-101	6	2	12	76	66	6	13	12	107	-113
7	2	10	98	-27	4	11	10	324	316	7	6	11	90	-68	1	3	12	123	-123	0	14	12	72	86
8	2	10	71	67	5	11	10	83	88	1	7	11	151	-137	2	3	12	372	354	4	14	12	100	-70
1	3	10	45	27	0	12	10	284	-274	2	7	11	215	-216	3	3	12	143	-144	2	15	12	164	-144
2	3	10	122	114	2	12	10	153	132	3	7	11	379	330	6	3	12	141	-127	0	16	12	110	86
4	3	10	91	111	1	13	10	197	184	5	7	11	160	-143	0	4	12	260	228	2	16	12	73	-59
6	3	10	153	-156	2	13	10	82	88	2	8	11	88	-58	1	4	12	172	160	1	1	13	123	115
0	4	10	113	128	3	13	10	161	-146	3	8	11	344	337	2	4	12	121	110	3	1	13	93	-100
1	4	10	56	-33	0	14	10	92	113	4	8	11	184	200	4	4	12	266	-264	4	1	13	152	173
2	4	10	104	115	2	14	10	143	-153	5	8	11	239	-244	5	4	12	171	147	6	1	13	74	69
4	4	10	78	81	3	14	10	66	-50	6	8	11	104	-102	1	5	12	84	-53	0	2	13	253	-226
5	4	10	131	-148	7	14	10	100	61	1	9	11	58	67	3	5	12	173	182	1	2	13	299	305
8	4	10	95	73	8	14	10	85	-39	2	9	11	102	-119	4	5	12	157	-172	2	2	13	210	193
1	5	10	148	135	7	15	10	92	48	3	9	11	147	104	5	5	12	195	-196	3	2	13	338	-363
2	5	10	56	55	0	16	10	163	179	4	9	11	177	197	7	5	12	76	72	4	2	13	57	-37
3	5	10	159	150	1	16	10	111	91	5	9	11	128	-130	0	6	12	111	-130	5	2	13	142	147
6	5	10	92	-132	3	16	10	89	-65	6	9	11	148	-153	1	6	12	374	-371	6	2	13	86	-77
7	5	10	55	-33	1	18	10	80	52	0	10	11	81	75	2	6	12	54	20	9	2	13	69	35
9	5	10	81	-48	2	18	10	68	-50	1	10	11	82	69	3	6	12	144	161	1	3	13	93	-88
0	6	10	145	138	0	20	10	99	69	2	10	11	102	127	5	6	12	177	-194	2	3	13	300	283
1	6	10	137	-142	3	1	11	47	22	4	10	11	72	-55	6	6	12	61	-67	3	3	13	167	143
2	6	10	175	170	5	1	11	361	-345	7	10	11	69	-57	7	6	12	65	71	4	3	13	236	-210
3	6	10	162	-137	7	1	11	101	107	2	11	11	143	-139	9	6	12	75	-56	5	3	13	100	-91
4	6	10	258	-262	0	2	11	324	-339	0	12	11	130	-134	1	7	12	164	-158	6	3	13	157	147
5	6	10	79	-112	1	2	11	187	-195	1	12	11	143	-131	2	7	12	123	-122	9	3	13	66	-1
6	6	10	98	84	2	2	11	177	194	6	12	11	82	75	3	7	12	121	114	3	4	13	275	278
8	6	10	62	-57	5	2	11	109	-88	2	13	11	60	63	5	7	12	135	-114	4	4	13	109	-98
10	6	10	90	88	6	2	11	171	-166	0	14	11	157	148	6	7	12	84	-82	5	4	13	201	-192
1	7	10	131	-117	8	2	11	153	133	1	14	11	238	-185	0	8	12	60	8	8	5	13	59	10
2	7	10	93	70	1	3	11	183	-167	2	15	11	101	-79	1	8	12	331	335	0	6	13	338	-359
4	7	10	219	-187	2	3	11	99	-111	1	16	11	97	-65	3	8	12	257	-237	1	7	13	165	-148
5	7	10	245	228	6	3	11	81	-63	0	18	11	73	48	4	8	12	103	124	2	7	13	111	96
6	7	10	208	212	0	4	11	235	-243	0	0	12	245	249	5	8	12	113	88	3	7	13	83	55
0	8	10	413	423	1	4	11	91	91	2	0	12	175	-185	1	9	12	120	133	5	7	13	102	118
2	8	10	96	-111	3	4	11	189	-179	3	0	12	225	245	2	9	12	93	-56	6	7	13	102	-64
3	8	10	170	161	4	4	11	103	75	4	0	12	144	-112	2	10	12	138	-127	1	8	13	342	331
4	8	10	214	235	5	4	11	94	-82	5	0	12	123	-152	3	10	12	99	-79	4	8	13	87	-119
5	8	10	139	108	6	4	11	55	42	6	0	12	125	122	6	10	12	93	77	8	8	13	92	59
6	8	10	94	-99	8	4	11	103	-94	7	0	12	185	174	7	10	12	102	-90	2	9	13	98	-92

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
3	9	13	59	68	1	0	14	152	183	2	5	14	76	45	3	2	15	119	129	5	0	16	107	28
4	9	13	129	112	3	0	14	269	-248	1	6	14	103	124	5	2	15	85	62	1	1	16	75	69
5	9	13	160	-146	4	0	14	118	128	2	6	14	94	-125	7	2	15	105	-93	3	1	16	63	45
0	10	13	89	-131	5	0	14	167	128	3	6	14	116	-100	4	3	15	108	-106	5	1	16	129	-102
1	10	13	141	-140	8	0	14	80	67	5	6	14	121	101	0	4	15	89	41	2	2	16	64	-84
2	10	13	117	100	1	1	14	109	-109	2	7	14	126	94	1	4	15	132	121	3	2	16	107	-62
5	10	13	116	-111	3	1	14	108	146	3	7	14	140	133	6	5	15	122	-96	4	3	16	85	-81
7	10	13	81	80	4	1	14	55	-42	5	7	14	169	-162	7	5	15	70	-91	0	4	16	87	-36
1	11	13	84	-63	0	2	14	244	212	1	8	14	79	97	0	6	15	116	67	2	4	16	85	-93
3	11	13	159	131	1	2	14	96	155	3	8	14	75	-33	1	6	15	68	85	1	5	16	55	67
4	11	13	116	90	3	2	14	58	-28	4	9	14	83	-58	3	6	15	74	-30	2	5	16	68	-49
2	12	13	117	99	3	3	14	171	-155	1	10	14	108	-130	2	7	15	111	51	1	6	16	107	-122
4	12	13	103	-94	7	3	14	77	62	6	10	14	65	-47	5	7	15	89	-49	3	6	16	76	-47
3	13	13	61	19	8	3	14	120	56	1	11	14	73	-62	0	8	15	160	129	5	8	16	129	105
0	14	13	93	89	0	4	14	213	198	5	11	14	76	82	2	8	15	77	-46	2	9	16	79	55
1	14	13	85	53	1	4	14	177	-154	1	12	14	183	191	6	9	15	76	-18	0	10	16	134	92
2	14	13	109	-102	4	4	14	66	25	3	12	14	56	-3	0	10	15	99	80	5	2	17	64	-9
2	15	13	62	-49	5	4	14	130	103	1	15	14	73	-32	5	10	15	101	87	5	3	17	77	56
0	16	13	112	-109	6	4	14	128	92	3	15	14	79	62	3	13	15	78	26	2	5	17	76	64
1	16	13	150	-152	8	4	14	75	-68	0	2	15	171	-181	0	0	16	152	173	2	7	17	59	11
3	16	13	81	81	1	5	14	75	61	2	2	15	153	142	2	0	16	85	-84	2	1	18	81	-53
0	0	14	330	303																				

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR TCDCI

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
2	0	0	116	-109	10	2	0	66	66	8	5	0	52	-46	-9	1	1	33	-32	4	2	1	22	6
3	0	0	651	-633	11	2	0	24	-18	9	5	0	14	16	-8	1	1	38	-47	5	2	1	322	306
4	0	0	217	-224	12	2	0	17	13	10	5	0	18	-14	-7	1	1	236	211	6	2	1	558	-527
5	0	0	729	-714	13	2	0	104	-96	11	5	0	25	22	-6	1	1	49	50	7	2	1	334	-332
6	0	0	10	14	15	2	0	18	-11	12	5	0	19	0	-5	1	1	285	294	8	2	1	67	62
7	0	0	171	-170	16	2	0	15	-7	13	5	0	17	-5	-4	1	1	396	-383	9	2	1	178	175
8	0	0	34	-36	17	2	0	27	-16	14	5	0	16	-15	-3	1	1	62	-73	10	2	1	27	24
9	0	0	15	0	18	2	0	22	18	15	5	0	23	21	-2	1	1	187	-204	11	2	1	52	50
10	0	0	36	18	19	2	0	50	39	0	6	0	73	76	-1	1	1	1482	1575	13	2	1	75	70
11	0	0	25	-22	20	2	0	19	9	1	6	0	20	-4	0	1	1	626	-634	14	2	1	74	-80
12	0	0	176	190	1	3	0	351	346	2	6	0	20	-21	1	1	1	494	-483	15	2	1	53	52
13	0	0	46	37	2	3	0	24	34	3	6	0	20	-15	2	1	1	404	-381	16	2	1	24	-29
14	0	0	103	-103	3	3	0	268	262	4	6	0	63	-66	3	1	1	503	-493	17	2	1	17	9
15	0	0	43	-33	4	3	0	61	-64	5	6	0	80	75	4	1	1	739	-720	18	2	1	17	-16
16	0	0	32	-31	5	3	0	30	29	6	6	0	12	1	5	1	1	261	257	19	2	1	15	-14
17	0	0	24	-23	6	3	0	66	-71	7	6	0	49	48	6	1	1	247	-209	20	2	1	16	-3
18	0	0	49	43	7	3	0	103	99	8	6	0	36	-39	7	1	1	420	394	-16	3	1	23	-19
20	0	0	29	34	8	3	0	219	-214	9	6	0	14	13	8	1	1	93	91	-15	3	1	21	16
1	1	0	823	847	9	3	0	17	-15	10	6	0	73	-66	9	1	1	130	119	-14	3	1	81	-86
2	1	0	449	459	10	3	0	19	-19	11	6	0	25	20	10	1	1	21	-19	-13	3	1	85	84
3	1	0	363	363	11	3	0	76	71	12	6	0	30	-24	11	1	1	28	26	-12	3	1	36	44
4	1	0	464	431	12	3	0	40	-40	13	6	0	49	42	12	1	1	102	96	-11	3	1	45	-50
5	1	0	101	-105	13	3	0	132	138	1	7	0	87	-30	13	1	1	42	43	-10	3	1	64	59
6	1	0	434	419	14	3	0	45	-43	2	7	0	45	40	14	1	1	74	-72	-9	3	1	107	110
7	1	0	763	-798	15	3	0	27	-22	3	7	0	93	-45	15	1	1	17	-16	-8	3	1	122	-124
8	1	0	98	-92	16	3	0	57	-46	4	7	0	28	28	16	1	1	13	-11	-7	3	1	36	37
9	1	0	105	-112	0	4	0	393	-338	5	7	0	33	31	18	1	1	42	33	-6	3	1	21	-13
10	1	0	237	219	1	4	0	249	231	7	7	0	58	-50	20	1	1	19	-14	-5	3	1	224	-240
11	1	0	17	29	2	4	0	85	-79	8	7	0	46	37	-18	2	1	38	-37	-4	3	1	124	110
12	1	0	166	-169	3	4	0	29	34	9	7	0	24	-28	-17	2	1	27	13	-3	3	1	256	246
13	1	0	169	169	4	4	0	133	-124	10	7	0	24	27	-15	2	1	20	-19	-1	3	1	258	-244
14	1	0	48	-39	5	4	0	206	203	12	7	0	18	9	-14	2	1	74	-83	0	3	1	460	454
15	1	0	21	13	6	4	0	127	124	13	7	0	35	-28	-13	2	1	107	112	1	3	1	510	-517
16	1	0	13	6	7	4	0	65	-62	2	8	0	32	-34	-12	2	1	158	-151	2	3	1	23	-45
17	1	0	31	24	8	4	0	66	-59	3	8	0	54	48	-10	2	1	114	125	3	3	1	112	-120
18	1	0	22	-18	9	4	0	33	32	4	8	0	26	-22	-9	2	1	84	86	4	3	1	251	248
19	1	0	35	-32	10	4	0	113	-109	5	8	0	13	-2	-8	2	1	39	-52	5	3	1	114	-114
20	1	0	16	3	11	4	0	47	48	6	8	0	15	9	-7	2	1	20	-30	6	3	1	42	32
0	2	0	82	89	13	4	0	23	-20	1	9	0	26	-19	-6	2	1	17	7	7	3	1	143	-146
1	2	0	187	191	14	4	0	15	13	2	9	0	19	16	-5	2	1	120	-127	8	3	1	68	77
2	2	0	137	-126	16	4	0	15	-8	-18	1	1	31	-31	-4	2	1	64	-61	9	3	1	90	-83
3	2	0	394	394	17	4	0	20	18	-17	1	1	28	-27	-3	2	1	97	-107	10	3	1	46	57
4	2	0	203	-201	1	5	0	21	14	-16	1	1	81	-77	-2	2	1	234	207	11	3	1	15	-15
5	2	0	201	-192	3	5	0	26	26	-15	1	1	21	-11	-1	2	1	109	114	12	3	1	15	14
6	2	0	392	374	4	5	0	38	-29	-14	1	1	23	-20	0	2	1	22	22	13	3	1	30	23
7	2	0	287	-292	5	5	0	94	97	-12	1	1	211	207	1	2	1	65	-70	14	3	1	13	12
8	2	0	43	-46	6	5	0	157	-157	-11	1	1	121	122	2	2	1	306	274	15	3	1	14	11
9	2	0	25	-16	7	5	0	123	111	-10	1	1	230	-210	3	2	1	9	0	16	3	1	15	10

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR TCDCI

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
18	3	1	29	19	7	5	1	106	-103	0	9	1	25	19	-9	1	2	68	71	3	2	2	117	-132
19	3	1	31	30	9	5	1	25	-22	1	9	1	25	-20	-8	1	2	21	-4	4	2	2	105	-107
-14	4	1	73	-71	9	5	1	27	-23	2	9	1	17	6	-7	1	2	141	149	5	2	2	202	186
-13	4	1	41	-37	11	5	1	30	33	-10	0	2	20	-23	-6	1	2	407	-385	6	2	2	74	54
-11	4	1	84	82	13	5	1	15	-19	-17	0	2	39	34	-5	1	2	383	-391	7	2	2	231	233
-9	4	1	82	82	13	5	1	41	45	-16	0	2	43	-38	-4	1	2	476	448	8	2	2	62	-54
-8	4	1	105	-101	14	5	1	17	-11	-15	0	2	50	48	-3	1	2	351	339	9	2	2	109	95
-7	4	1	289	276	15	5	1	15	-13	-14	0	2	88	-99	-2	1	2	109	119	10	2	2	139	-126
-6	4	1	242	-247	17	5	1	21	-14	-13	0	2	558	552	-1	1	2	710	-697	11	2	2	87	83
-5	4	1	32	24	-7	6	1	30	-35	-12	0	2	125	127	0	1	2	52	-62	12	2	2	14	11
-4	4	1	96	-90	-6	6	1	54	56	-11	0	2	483	-471	1	1	2	595	-610	14	2	2	130	-123
-3	4	1	34	-32	-5	6	1	19	-10	-10	0	2	91	91	2	1	2	411	-429	16	2	2	55	-47
-2	4	1	134	-122	-4	6	1	18	21	-9	0	2	254	-256	3	1	2	692	693	17	2	2	25	26
-1	4	1	29	35	-3	6	1	47	-50	-8	0	2	249	251	4	1	2	381	383	18	2	2	30	27
0	4	1	160	156	-2	6	1	34	32	-5	0	2	490	-472	5	1	2	259	258	19	2	2	38	-43
1	4	1	289	275	-1	6	1	48	51	-4	0	2	310	-317	6	1	2	569	-563	20	2	2	30	25
2	4	1	46	-40	0	6	1	23	-22	-3	0	2	127	-141	7	1	2	249	229	-17	3	2	84	-47
3	4	1	79	-62	1	6	1	55	-47	-2	0	2	466	-465	9	1	2	27	-20	-15	3	2	22	-33
4	4	1	101	-107	3	6	1	12	12	-1	0	2	57	66	10	1	2	52	46	-14	3	2	38	38
5	4	1	60	45	4	6	1	114	108	0	0	2	35	30	11	1	2	114	-104	-13	3	2	76	-73
7	4	1	101	-98	5	6	1	128	-131	1	0	2	436	459	12	1	2	196	190	-12	3	2	128	124
8	4	1	113	108	6	6	1	38	36	2	0	2	14	-2	13	1	2	233	-223	-11	3	2	30	31
9	4	1	80	-77	7	6	1	24	29	3	0	2	218	221	14	1	2	63	63	-10	3	2	66	61
10	4	1	58	57	8	6	1	70	-72	4	0	2	610	599	15	1	2	19	-16	-9	3	2	16	-23
11	4	1	91	-95	9	6	1	50	52	5	0	2	22	27	16	1	2	83	79	-8	3	2	18	19
12	4	1	57	61	11	6	1	41	31	6	0	2	417	414	17	1	2	14	-3	-7	3	2	18	10
13	4	1	14	-2	12	6	1	54	-39	7	0	2	80	-76	18	1	2	16	-17	-6	3	2	46	-54
14	4	1	17	9	13	6	1	25	-28	8	0	2	127	-114	19	1	2	25	-25	-5	3	2	187	-172
15	4	1	14	-12	14	6	1	30	29	9	0	2	223	-213	20	1	2	41	35	-4	3	2	20	-24
-13	5	1	19	-19	-6	7	1	40	40	10	0	2	65	61	-18	2	2	18	13	-3	3	2	20	20
-11	5	1	90	-84	-5	7	1	31	-35	11	0	2	122	121	-17	2	2	36	-39	-1	3	2	48	-48
-10	5	1	18	24	-4	7	1	26	20	12	0	2	132	132	-16	2	2	72	67	0	3	2	350	330
-9	5	1	20	-27	-3	7	1	52	-52	13	0	2	278	-269	-14	2	2	44	37	1	3	2	13	0
-8	5	1	91	-91	-1	7	1	33	35	14	0	2	40	40	-13	2	2	42	52	2	3	2	120	-108
-7	5	1	138	143	0	7	1	20	23	15	0	2	16	9	-11	2	2	73	-80	3	3	2	38	-41
-6	5	1	341	340	1	7	1	68	-72	16	0	2	22	-21	-10	2	2	61	58	4	3	2	45	34
-5	5	1	279	-282	2	7	1	65	57	17	0	2	40	31	-9	2	2	31	29	5	3	2	142	-140
-4	5	1	18	19	3	7	1	31	-25	18	0	2	80	-76	-8	2	2	172	-158	6	3	2	11	-10
-3	5	1	76	-75	4	7	1	16	3	19	0	2	49	45	-7	2	2	178	167	7	3	2	65	-59
-2	5	1	20	-11	5	7	1	31	26	20	0	2	34	-24	-6	2	2	317	-311	8	3	2	83	73
-1	5	1	39	-36	7	7	1	13	-6	-18	1	2	49	-28	-5	2	2	253	-247	9	3	2	30	-36
0	5	1	57	51	8	7	1	13	-10	-16	1	2	29	-31	-4	2	2	293	280	10	3	2	11	2
1	5	1	32	34	10	7	1	21	-18	-15	1	2	18	9	-3	2	2	15	11	11	3	2	17	-8
2	5	1	48	-35	11	7	1	17	-15	-14	1	2	44	-46	-2	2	2	127	131	12	3	2	103	104
3	5	1	37	24	12	7	1	44	35	-13	1	2	56	-59	-1	2	2	35	37	13	3	2	13	-11
4	5	1	77	-80	1	8	1	13	-5	-12	1	2	116	122	0	2	2	62	-62	14	3	2	30	28
5	5	1	60	58	7	8	1	29	23	-11	1	2	127	127	1	2	2	290	-310	15	3	2	14	-14
6	5	1	103	102	1	9	1	26	-24	-10	1	2	91	-90	2	2	2	79	63	16	3	2	22	-18

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
18	1	2	17	8	-9	5	2	43	38	-13	1	3	17	-10	6	2	3	137	-133	-10	4	3	64	-64
19	1	2	39	-12	10	5	2	27	-35	-12	1	3	167	-163	7	2	3	124	-125	-9	4	3	19	21
-14	4	2	34	42	11	5	2	15	15	-11	1	3	54	-50	8	2	3	56	-53	-8	4	3	41	46
-13	4	2	92	-94	-12	5	2	30	-34	-9	1	3	196	-188	9	2	3	130	128	-7	4	3	18	33
-11	4	2	34	37	13	5	2	61	59	-8	1	3	133	131	10	2	3	94	92	-6	4	3	16	-7
-10	4	2	40	-43	14	5	2	22	-18	-7	1	3	112	-110	11	2	3	95	95	-5	4	3	110	118
-9	4	2	19	-33	15	5	2	26	-23	-6	1	3	52	44	12	2	3	105	-104	-4	4	3	141	-131
-8	4	2	71	72	-10	6	2	27	-24	-5	1	3	207	213	13	2	3	116	125	-3	4	3	71	-66
-7	4	2	140	147	-9	6	2	20	11	-4	1	3	341	344	14	2	3	99	-102	-2	4	3	146	-143
-6	4	2	102	-100	-7	6	2	90	87	-3	1	3	273	260	15	2	3	18	15	-1	4	3	53	48
-5	4	2	58	-46	-5	6	2	40	-42	-2	1	3	66	63	16	2	3	27	-31	0	4	3	219	213
-3	4	2	94	-96	-3	6	2	49	-50	-1	1	3	528	527	17	2	3	13	10	1	4	3	47	-44
-2	4	2	41	-40	1	6	2	34	33	0	1	3	791	804	18	2	3	45	-40	2	4	3	64	56
-1	4	2	158	157	2	6	2	28	-31	1	1	3	1238	-1201	19	2	3	41	35	3	4	3	17	-17
0	4	2	68	-74	3	6	2	13	0	2	1	3	118	-120	20	2	3	30	-25	4	4	3	43	-30
1	4	2	93	-91	4	6	2	47	45	3	1	3	20	23	-14	3	3	68	-73	5	4	3	23	-30
2	4	2	48	48	5	6	2	27	-21	4	1	3	62	-56	-13	3	3	52	50	6	4	3	86	-81
3	4	2	15	21	6	6	2	103	100	5	1	3	31	-27	-12	3	3	70	-80	7	4	3	245	243
4	4	2	12	-12	7	6	2	103	-93	6	1	3	231	225	-11	3	3	17	17	8	4	3	69	-62
5	4	2	107	109	9	6	2	46	-45	7	1	3	404	-381	-9	3	3	139	140	9	4	3	60	-64
6	4	2	101	103	10	6	2	36	28	8	1	3	24	14	-7	3	3	23	-34	10	4	3	19	-27
7	4	2	97	-91	11	6	2	33	-29	9	1	3	123	117	-6	3	3	30	20	11	4	3	26	26
8	4	2	99	-92	12	6	2	50	44	10	1	3	59	62	-5	3	3	145	-143	12	4	3	67	64
9	4	2	53	49	13	6	2	23	-20	11	1	3	16	9	-4	3	3	149	-139	13	4	3	34	-30
10	4	2	16	11	14	6	2	13	5	12	1	3	43	47	-2	3	3	201	184	14	4	3	37	-35
11	4	2	37	-38	-9	7	2	27	26	13	1	3	201	-201	-1	3	3	38	13	18	4	3	57	-48
12	4	2	33	32	-7	7	2	19	13	15	1	3	29	32	0	3	3	13	30	-14	5	3	31	23
13	4	2	25	-19	-6	7	2	31	-26	16	1	3	34	24	1	3	3	270	289	-12	5	3	36	34
14	4	2	45	-40	-5	7	2	25	30	17	1	3	15	-8	2	3	3	89	99	-11	5	3	57	-50
15	4	2	31	25	-4	7	2	26	-20	18	1	3	53	49	3	3	3	77	-68	-9	5	3	20	9
16	4	2	50	39	-2	7	2	22	26	-15	2	3	41	39	4	3	3	15	23	-8	5	3	31	-34
-12	5	2	27	28	0	7	2	67	-64	-12	2	3	120	118	5	3	3	81	-93	-7	5	3	154	162
-11	5	2	53	-45	1	7	2	38	38	-11	2	3	101	-105	6	3	3	190	194	-6	5	3	111	-112
-10	5	2	20	19	4	7	2	14	-10	-10	2	3	84	86	7	3	3	266	-257	-4	5	3	30	-39
-9	5	2	51	-58	6	7	2	18	-17	-9	2	3	188	188	8	3	3	19	-32	-3	5	3	30	18
-8	5	2	88	78	7	7	2	19	20	-7	2	3	387	-374	9	3	3	41	-37	-2	5	3	36	37
-7	5	2	47	-59	8	7	2	19	-19	-6	2	3	455	-435	10	3	3	20	-24	-1	5	3	17	18
-6	5	2	53	51	9	7	2	20	16	-5	2	3	21	-38	11	3	3	52	55	0	5	3	91	-98
-4	5	2	106	-101	12	7	2	16	-11	-4	2	3	349	359	12	3	3	21	-22	1	5	3	78	80
-2	5	2	35	34	13	7	2	21	-12	-3	2	3	73	85	13	3	3	73	-63	2	5	3	164	-152
0	5	2	19	20	2	8	2	27	-21	-2	2	3	442	445	14	3	3	160	93	3	5	3	112	109
2	5	2	29	35	3	8	2	21	19	-1	2	3	204	-192	15	3	3	15	-11	4	5	3	30	-31
3	5	2	15	10	0	9	2	19	-14	0	2	3	323	323	17	3	3	24	21	5	5	3	245	235
4	5	2	71	-72	1	9	2	22	14	1	2	3	115	-114	18	3	3	18	-12	6	5	3	202	-189
5	5	2	61	-64	2	9	2	17	11	2	2	3	69	74	19	3	3	17	14	7	5	3	82	-80
6	5	2	24	23	-17	1	3	49	-43	3	2	3	33	15	-14	4	3	33	-11	8	5	3	20	13
7	5	2	36	-32	-15	1	3	42	-20	4	2	3	123	-124	-13	4	3	36	40	9	5	3	41	39
8	5	2	51	45	-14	1	3	48	47	5	2	3	161	-146	-11	4	3	22	-22	10	5	3	46	-40

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
11	5	3	69	56	7	8	1	32	-29	-9	1	4	165	168	4	2	4	268	-270	-10	4	4	63	67
12	5	3	41	-42	8	8	1	14	10	-8	1	4	18	-14	5	2	4	440	420	-9	4	4	76	-80
13	5	3	45	43	9	8	3	14	1	-7	1	4	261	-239	6	2	4	445	-424	-8	4	4	68	58
14	5	3	37	-34	1	9	3	30	-25	-6	1	4	280	-270	7	2	4	210	193	-7	4	4	92	83
15	5	3	15	15	2	9	3	27	21	-5	1	4	500	471	8	2	4	178	184	-6	4	4	13	-20
16	5	3	20	-14	-14	0	4	29	-30	-4	1	4	729	-715	9	2	4	19	-24	-5	4	4	234	-235
17	5	3	79	61	-13	0	4	62	-52	-3	1	4	750	732	10	2	4	22	-20	-4	4	4	161	170
-12	6	3	31	-29	-12	0	4	19	17	-2	1	4	566	-561	11	2	4	20	14	-3	4	4	56	-58
-11	6	3	25	14	-11	0	4	45	44	-1	1	4	1144	1140	12	2	4	17	-23	-2	4	4	20	-11
-9	6	3	17	24	-13	0	4	54	43	0	1	4	747	-734	13	2	4	59	53	-1	4	4	88	-75
-8	6	3	23	-27	-11	0	4	268	267	1	1	4	278	-273	14	2	4	18	18	0	4	4	208	199
-6	6	3	50	62	-10	0	4	258	-256	2	1	4	166	167	15	2	4	25	-29	1	4	4	262	-257
-5	6	3	130	-119	-9	0	4	196	196	3	1	4	25	-17	16	2	4	17	-10	2	4	4	94	90
-4	6	3	63	66	-8	0	4	335	-317	4	1	4	59	56	17	2	4	31	27	3	4	4	133	128
-3	6	3	60	58	-7	0	4	81	87	5	1	4	300	-303	18	2	4	28	-27	4	4	4	75	-70
0	6	3	83	-91	-6	0	4	124	-126	6	1	4	231	-221	-17	3	4	32	25	5	4	4	90	84
1	6	3	74	70	-5	0	4	63	54	7	1	4	167	171	-16	3	4	50	-55	6	4	4	132	-126
2	6	3	25	25	-4	0	4	587	-589	8	1	4	264	259	-13	3	4	86	99	7	4	4	163	-160
3	6	3	17	-18	-3	0	4	755	752	9	1	4	25	-29	-12	3	4	52	-45	8	4	4	149	150
4	6	3	13	1	-2	0	4	624	641	10	1	4	83	86	-11	3	4	53	47	9	4	4	12	3
6	6	3	35	37	-1	0	4	627	634	12	1	4	64	67	-8	3	4	96	-94	10	4	4	83	84
7	6	3	52	-58	0	0	4	2339	-2514	13	1	4	145	-144	-7	3	4	79	91	11	4	4	14	-15
8	6	3	42	37	1	0	4	586	-588	14	1	4	37	-34	-6	3	4	139	-142	12	4	4	92	91
10	6	3	18	23	2	0	4	438	443	15	1	4	22	-17	-5	3	4	85	83	14	4	4	21	-21
11	6	3	18	-20	3	0	4	479	-442	16	1	4	19	-17	-4	3	4	36	-29	16	4	4	20	14
12	6	3	20	-20	4	0	4	534	543	19	1	4	36	31	-3	3	4	23	12	17	4	4	34	-31
14	6	3	20	11	5	0	4	47	-57	20	1	4	39	32	-2	3	4	66	-66	-11	5	4	28	27
-9	7	3	29	-30	6	0	4	187	186	-18	2	4	37	-34	-1	3	4	381	363	-10	5	4	26	-28
-8	7	3	26	28	7	0	4	255	260	-17	2	4	34	32	0	3	4	60	71	-9	5	4	24	30
-2	7	3	33	-32	9	0	4	49	-37	-16	2	4	76	18	1	3	4	34	42	-8	5	4	68	-65
-1	7	3	46	49	9	0	4	143	143	-15	2	4	19	10	2	3	4	30	-29	-7	5	4	64	61
0	7	3	20	-15	10	0	4	25	-26	-14	2	4	29	32	3	3	4	216	-198	-6	5	4	60	-62
1	7	3	20	-20	11	0	4	198	189	-12	2	4	30	30	4	3	4	108	-89	-4	5	4	112	103
2	7	3	15	7	13	0	4	464	-455	-11	2	4	88	-90	5	3	4	117	107	-3	5	4	104	-108
3	7	3	42	34	14	0	4	86	92	-10	2	4	68	64	6	3	4	196	-187	-2	5	4	87	83
4	7	3	69	-62	16	0	4	59	48	-9	2	4	44	-39	7	3	4	13	16	-1	5	4	67	-76
5	7	3	65	64	17	0	4	86	75	-8	2	4	138	128	8	3	4	110	103	0	5	4	111	113
6	7	3	40	-41	19	0	4	23	26	-7	2	4	28	-36	9	3	4	32	32	1	5	4	20	-19
7	7	3	20	23	19	0	4	31	-26	-6	2	4	23	-18	10	3	4	70	79	3	5	4	52	-47
8	7	3	37	-25	20	0	4	41	-35	-5	2	4	28	34	11	3	4	73	-83	4	5	4	19	-24
10	7	3	39	-12	-14	1	4	18	-13	-4	2	4	48	43	13	3	4	93	-90	5	5	4	14	-22
11	7	3	47	44	-13	1	4	30	34	-3	2	4	29	27	14	3	4	19	13	6	5	4	41	40
-4	8	3	23	6	-12	1	4	32	-33	-2	2	4	238	-245	15	3	4	18	-9	7	5	4	15	-17
0	8	3	21	5	-11	1	4	41	-43	-1	2	4	324	336	18	3	4	29	24	8	5	4	21	-25
1	8	3	19	-21	-10	1	4	29	31	0	2	4	345	-334	-14	4	4	28	21	9	5	4	22	24
2	8	3	19	20	-12	1	4	192	-180	1	2	4	201	-197	-13	4	4	20	14	10	5	4	23	-18
3	8	3	13	2	-11	1	4	30	-22	2	2	4	365	-362	-12	4	4	30	-23	11	5	4	14	7
6	8	3	26	23	-10	1	4	269	252	3	2	4	109	102	-11	4	4	20	-1	12	5	4	20	-19

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR FCDC1

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
13	5	4	22	19	-18	1	5	14	18	-1	2	5	435	-413	15	3	5	13	3	2	5	5	46	-24
14	5	4	35	35	-17	1	5	62	56	0	2	5	544	519	16	3	5	18	-7	3	5	5	32	35
16	5	4	16	-8	-16	1	5	32	33	1	2	5	412	-407	17	3	5	13	9	4	5	5	48	49
17	5	4	22	-15	-15	1	5	13	22	2	2	5	99	100	18	3	5	42	-41	5	5	5	37	34
-9	6	4	50	46	-14	1	5	32	29	3	2	5	191	-187	-16	4	5	16	17	6	5	5	307	-305
-8	6	4	31	-27	-13	1	5	110	123	4	2	5	154	140	-15	4	5	40	-38	7	5	5	136	150
-7	6	4	51	54	-12	1	5	203	-179	5	2	5	388	-374	-14	4	5	49	49	8	5	5	26	-27
-6	6	4	36	-40	-11	1	5	236	-238	6	2	5	203	194	-12	4	5	59	55	9	5	5	47	37
-5	6	4	90	-92	-10	1	5	190	186	7	2	5	140	132	-11	4	5	75	-71	10	5	5	40	37
-4	6	4	35	38	-9	1	5	185	-181	8	2	5	19	-17	-10	4	5	86	80	11	5	5	22	25
-1	6	4	21	-21	-8	1	5	43	-42	9	2	5	74	72	-9	4	5	122	-127	13	5	5	45	-41
0	6	4	43	42	-6	1	5	76	-80	10	2	5	53	-47	-8	4	5	50	51	14	5	5	21	-16
1	6	4	121	-130	-5	1	5	150	-148	11	2	5	23	-22	-7	4	5	201	-199	15	5	5	20	17
2	6	4	154	163	-4	1	5	926	907	12	2	5	46	43	-6	4	5	202	209	16	5	5	14	-15
3	6	4	83	-86	-3	1	5	16	30	13	2	5	74	-78	-5	4	5	50	53	-11	6	5	27	28
4	6	4	92	92	-2	1	5	173	170	15	2	5	25	28	-4	4	5	110	-116	-9	6	5	25	14
5	6	4	63	-58	-1	1	5	163	-165	16	2	5	10	-5	-3	4	5	131	139	-7	6	5	46	46
6	6	4	75	76	0	1	5	569	-549	19	2	5	58	44	-2	4	5	27	-24	-6	6	5	82	-84
7	6	4	145	-141	1	1	5	238	-259	-17	3	5	44	-42	-1	4	5	195	189	-5	6	5	20	18
8	6	4	88	87	2	1	5	939	949	-16	3	5	35	31	0	4	5	184	-168	-4	6	5	18	-6
9	6	4	36	-31	3	1	5	187	194	-14	3	5	38	39	1	4	5	113	-100	-3	6	5	17	11
10	6	4	42	38	4	1	5	195	191	-13	3	5	54	-56	2	4	5	181	-191	-2	6	5	35	31
12	6	4	25	27	5	1	5	173	173	-11	3	5	69	61	3	4	5	87	77	-1	6	5	60	-63
13	6	4	41	-36	6	1	5	131	120	-10	3	5	121	-124	4	4	5	10	-11	0	6	5	30	32
-7	7	4	30	-27	7	1	5	181	-178	-9	3	5	52	57	5	4	5	65	-73	1	6	5	19	3
-6	7	4	25	21	0	1	6	46	-38	-8	3	5	85	-84	6	4	5	104	102	2	6	5	18	19
-3	7	4	29	24	9	1	6	13	-13	-7	3	5	193	201	7	4	5	120	121	4	6	5	50	-50
-2	7	4	21	-14	10	1	6	56	-60	-6	3	5	196	-193	8	4	5	19	-13	5	6	5	51	49
0	7	4	43	-41	11	1	6	48	-43	-5	3	5	142	132	9	4	5	64	63	6	6	5	21	-18
1	7	4	31	29	12	1	6	58	-59	-4	3	5	113	-100	10	4	5	35	-42	7	6	5	16	-18
2	7	4	33	-29	13	1	6	26	-26	-3	3	5	64	-44	11	4	5	19	-14	8	6	5	41	38
3	7	4	35	32	14	1	6	30	27	-2	3	5	79	-78	12	4	5	15	-13	9	6	5	23	-19
4	7	4	19	22	16	1	6	42	41	-1	3	5	46	29	13	4	5	26	-35	10	6	5	18	-4
5	7	4	30	-40	17	1	6	19	-4	0	3	5	317	-333	16	4	5	20	16	11	6	5	28	-27
6	7	4	17	15	18	1	6	27	-17	1	3	5	310	289	18	4	5	32	24	13	6	5	51	45
7	7	4	17	3	19	1	6	25	-20	2	3	5	316	303	-14	5	5	20	-22	14	6	5	20	-16
8	7	4	15	-16	-16	2	6	27	22	3	3	5	186	-180	-13	5	5	16	-4	15	6	5	14	3
10	7	4	15	9	-15	2	6	43	38	4	3	5	180	176	-12	5	5	45	47	-7	7	5	30	26
11	7	4	18	-19	-13	2	6	30	-24	5	3	5	73	-73	-11	5	5	42	-41	-6	7	5	45	-41
12	7	4	14	-7	-12	2	6	129	130	6	3	5	61	67	-8	5	5	110	114	-2	7	5	18	23
0	8	4	13	-5	-9	2	6	94	-95	7	3	5	48	53	-7	5	5	124	-129	0	7	5	44	-47
1	8	4	18	-11	-8	2	6	19	-20	8	3	5	49	49	-4	5	5	154	-158	1	7	5	64	69
2	8	4	21	20	-7	2	6	223	-228	9	3	5	172	-165	-5	5	5	74	79	2	7	5	52	-48
3	8	4	25	-13	-6	2	6	20	-35	11	3	5	18	18	-4	5	5	45	42	3	7	5	18	17
4	8	4	13	-2	-5	2	6	328	-320	11	3	5	54	-59	-2	5	5	72	69	4	7	5	15	-14
5	8	4	17	13	-4	2	6	375	364	12	3	5	16	10	-1	5	5	46	49	5	7	5	14	10
6	8	4	27	-20	-3	2	6	20	-16	13	3	5	19	-13	0	5	5	37	-31	6	7	5	19	-14
7	8	4	17	14	-2	2	6	499	495	14	3	5	15	15	1	5	5	19	15	12	7	5	28	-24

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
0	4	5	26	-33	-10	1	6	82	-89	5	2	6	215	-212	-8	4	5	17	-7	-10	6	6	14	16
1	4	5	30	27	-9	1	6	30	24	6	2	6	47	46	-7	4	6	30	-27	-9	6	6	20	-11
3	4	5	12	1	-8	1	6	19	3	7	2	6	72	-66	-6	4	6	142	-140	-8	6	6	16	12
4	4	5	13	4	-7	1	6	68	-60	8	2	6	85	-84	-5	4	6	133	134	-6	6	6	79	-70
7	4	5	17	-19	-6	1	6	181	165	9	2	6	64	68	-4	4	6	79	76	-5	6	6	14	21
-10	5	6	28	37	-5	1	6	404	416	10	2	6	44	-40	-3	4	6	42	29	-4	6	6	27	36
-17	5	6	74	-70	-4	1	6	75	74	11	2	6	75	74	-2	4	6	37	34	-2	6	6	31	29
-16	5	6	40	41	-3	1	6	145	-145	12	2	6	61	-67	-1	4	6	20	-7	0	6	6	33	-35
-15	5	6	49	46	-2	1	6	71	-70	13	2	6	16	8	0	4	6	14	-6	1	6	6	23	-27
-13	5	6	350	-362	-1	1	6	143	-151	14	2	6	77	82	1	4	6	19	-13	2	6	6	16	9
-12	5	6	267	-275	0	1	6	403	-193	15	2	6	40	35	2	4	6	41	-49	3	6	6	34	35
-11	5	6	313	315	1	1	6	29	-34	16	2	6	15	-6	3	4	6	37	34	4	6	6	32	-28
-9	5	6	259	256	2	1	6	119	-122	17	2	6	15	-11	4	4	6	34	-24	5	6	6	31	35
-8	5	6	121	115	3	1	6	122	127	18	2	6	27	-24	5	4	6	84	-84	6	6	6	30	-34
-7	5	6	24	33	4	1	6	221	-203	-17	3	6	32	32	6	4	6	26	-24	7	6	6	33	26
-6	5	6	13	-10	5	1	6	246	241	-16	3	6	18	-17	7	4	6	14	14	8	6	6	28	25
-5	5	6	159	161	6	1	6	81	84	-15	3	6	62	67	8	4	6	14	11	9	6	6	15	-4
-4	5	6	119	-49	7	1	6	265	259	-12	3	6	70	-76	9	4	6	62	69	10	6	6	24	20
-3	5	6	69	-69	8	1	6	200	-192	-11	3	6	16	8	10	4	6	47	-40	13	6	6	29	-26
-2	5	6	68	59	9	1	6	71	68	-10	3	6	109	-104	11	4	6	16	17	14	6	6	17	9
-1	5	6	765	-702	10	1	6	194	-196	-9	3	6	24	-23	12	4	6	33	-33	-6	7	6	24	16
0	5	6	732	-698	11	1	6	122	124	-8	3	6	80	-69	13	4	6	37	35	-5	7	6	26	-32
1	5	6	946	928	12	1	6	133	-137	-7	3	6	289	275	14	4	6	21	12	-4	7	6	22	29
2	5	6	149	-152	13	1	6	109	99	-6	3	6	34	-25	17	4	6	18	19	-1	7	6	29	-21
3	5	6	571	570	14	1	6	58	54	-5	3	6	134	130	-11	5	6	24	16	0	7	6	31	29
4	5	6	158	162	15	1	6	83	-72	-2	3	6	53	-57	-10	5	6	25	-18	1	7	6	19	16
5	5	6	149	154	16	1	6	13	-9	-1	3	6	59	55	-9	5	6	16	10	2	7	6	18	-11
6	5	6	448	-419	17	1	6	50	-43	0	3	6	204	-210	-7	5	6	23	-17	3	7	6	18	13
7	5	6	376	-360	18	1	6	57	52	1	3	6	161	-146	-6	5	6	55	-63	4	7	6	40	-39
8	5	6	204	195	19	1	6	27	-16	2	3	6	167	174	-4	5	6	77	75	5	7	6	35	34
9	5	6	133	-131	-15	2	6	18	-27	3	3	6	20	-28	-3	5	6	24	18	6	7	6	13	14
10	5	6	232	235	-14	2	6	14	21	4	3	6	68	75	-2	5	6	19	-30	10	7	6	25	-25
11	5	6	142	-141	-13	2	6	21	-17	5	3	6	30	29	1	5	6	16	12	1	8	6	17	-3
12	5	6	103	108	-12	2	6	69	-69	6	3	6	63	68	2	5	6	24	24	2	8	6	27	28
13	5	6	93	-93	-10	2	6	22	16	7	3	6	52	53	3	5	6	64	-66	3	8	6	38	-34
14	5	6	107	99	-9	2	6	37	-28	8	3	6	36	-28	4	5	6	33	29	4	8	6	20	16
15	5	6	29	-26	-8	2	6	97	84	9	3	6	80	-76	5	5	6	15	-6	-17	1	7	72	63
17	5	6	35	-21	-7	2	6	106	-96	10	3	6	24	26	6	5	6	73	72	-16	1	7	51	46
18	5	6	64	59	-6	2	6	93	90	11	3	6	53	51	7	5	6	31	-45	-15	1	7	48	-44
19	5	6	53	-51	-5	2	6	387	382	12	3	6	57	-64	8	5	6	27	23	-14	1	7	27	27
20	5	6	41	32	-3	2	6	134	-127	13	3	6	31	-27	9	5	6	66	-62	-13	1	7	85	-87
-18	1	6	48	37	-2	2	6	71	67	15	3	6	14	8	10	5	6	12	8	-12	1	7	43	48
-17	1	6	20	-14	-1	2	6	181	-171	16	3	6	16	-13	11	5	6	23	-15	-11	1	7	112	107
-16	1	6	31	17	0	2	6	98	83	-13	4	6	19	-34	12	5	6	32	34	-10	1	7	55	55
-15	1	6	24	19	1	2	6	100	98	-12	4	6	47	48	13	5	6	30	-32	-9	1	7	53	49
-14	1	6	41	31	2	2	6	57	57	-11	4	6	94	-96	14	5	6	14	-4	-8	1	7	19	-15
-13	1	6	26	32	3	2	6	246	-223	-10	4	6	123	126	-12	6	6	46	-43	-7	1	7	33	-29
-12	1	6	211	-215	4	2	6	119	111	-9	4	6	64	-67	-11	6	6	59	43	-6	1	7	96	-99

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-5	1	7	215	-210	13	2	7	27	-34	7	4	7	75	-76	12	6	7	34	27	14	0	8	68	-67
-4	1	7	101	-102	14	2	7	50	56	3	4	7	44	-47	13	6	7	25	-19	15	0	8	24	24
-3	1	7	17	-13	15	2	7	15	-3	4	4	7	123	118	-6	7	7	21	-4	16	0	8	22	24
-2	1	7	79	-64	16	2	7	14	15	15	4	7	13	15	-4	7	7	20	20	17	0	8	58	-51
-1	1	7	151	-161	17	2	7	18	9	11	4	7	45	41	-1	7	7	36	-34	19	0	8	37	-34
0	1	7	357	-360	-16	3	7	51	-43	12	4	7	93	-91	0	7	7	29	20	-16	1	8	18	15
1	1	7	331	318	-11	3	7	133	139	13	4	7	39	37	2	7	7	17	0	-15	1	8	16	-16
2	1	7	90	92	-10	3	7	53	-60	15	4	7	31	-31	3	7	7	13	-11	-14	1	8	58	54
3	1	7	246	260	-9	3	7	47	-49	-13	5	7	23	-16	4	7	7	26	23	-13	1	8	83	-80
4	1	7	13	12	-8	3	7	25	19	-8	5	7	47	53	5	7	7	27	-25	-12	1	8	119	117
5	1	7	77	-84	-7	3	7	57	-53	-7	5	7	161	-158	10	7	7	19	17	-11	1	8	63	-57
6	1	7	143	-151	-6	3	7	26	26	-5	5	7	48	48	11	7	7	15	-14	-10	1	8	38	-29
7	1	7	133	123	-5	3	7	170	169	-3	5	7	47	45	0	8	7	24	22	-9	1	8	192	-203
8	1	7	41	-39	-4	3	7	95	-101	-4	5	7	38	-45	1	8	7	16	-11	-8	1	8	31	33
9	1	7	86	94	-3	3	7	76	-80	-3	5	7	71	72	2	8	7	15	14	-7	1	8	69	68
10	1	7	19	-19	-2	3	7	79	-69	-1	5	7	33	-33	3	8	7	19	-24	-6	1	8	185	178
11	1	7	61	58	-1	3	7	91	-83	0	5	7	19	-22	4	8	7	27	29	-5	1	8	206	-182
12	1	7	198	-204	0	3	7	49	44	1	5	7	83	-87	5	8	7	20	-18	-4	1	8	311	309
13	1	7	212	209	1	3	7	90	-37	2	5	7	185	183	-17	0	8	37	36	-3	1	8	67	-61
14	1	7	12	-6	2	3	7	80	-84	3	5	7	110	-107	-16	0	8	54	-55	-2	1	8	90	92
15	1	7	47	-49	3	3	7	77	70	4	5	7	70	77	-15	0	8	30	33	-1	1	8	249	-253
16	1	7	24	-15	4	3	7	97	-100	5	5	7	135	-130	-14	0	8	44	-43	0	1	8	66	53
17	1	7	39	32	5	3	7	179	170	6	5	7	74	71	-13	0	8	86	-75	1	1	8	456	458
18	1	7	57	-49	6	3	7	209	-214	7	5	7	23	-25	-12	0	8	22	9	2	1	8	541	-662
19	1	7	24	21	7	3	7	164	164	8	5	7	56	60	-11	0	8	112	-120	3	1	8	151	-173
-15	2	7	24	22	8	3	7	226	221	9	5	7	40	-42	-10	0	8	25	26	4	1	8	147	-148
-13	2	7	42	44	9	3	7	94	-86	10	5	7	13	14	-9	0	8	43	31	5	1	8	100	92
-12	2	7	68	-69	11	3	7	90	-103	11	5	7	15	9	-7	0	8	151	159	6	1	8	232	225
-10	2	7	26	27	12	3	7	41	48	13	5	7	38	-38	-6	0	8	397	-376	7	1	8	86	-84
-8	2	7	72	-56	13	3	7	28	-27	14	5	7	48	40	-5	0	8	492	494	8	1	8	123	119
-6	2	7	328	308	15	3	7	28	-19	15	5	7	14	-7	-4	0	8	136	117	9	1	8	14	24
-5	2	8	14	2	16	3	7	25	26	-11	6	7	21	-28	-3	0	8	41	-91	10	1	8	51	-56
-4	2	8	206	-210	17	3	7	27	-22	-10	6	7	34	30	-2	0	8	269	-198	11	1	8	73	-76
-3	2	7	11	-10	-14	4	7	16	15	-9	6	7	21	-18	-1	0	8	298	-280	12	1	8	27	-25
-2	2	7	309	-293	-13	4	7	34	-33	-8	6	7	29	-40	0	0	8	101	100	13	1	8	44	50
-1	2	7	347	329	-12	4	7	29	-32	-7	6	7	59	61	1	0	8	51	61	14	1	8	13	-9
0	2	7	371	-355	-9	4	7	66	72	-6	6	7	35	-29	2	0	8	300	293	15	1	8	36	34
1	2	7	30	14	-8	4	7	87	-94	-5	6	7	26	-31	3	0	8	162	-166	16	1	8	32	-29
2	2	7	239	220	-7	4	7	80	78	-4	6	7	18	17	4	0	8	170	159	17	1	8	18	12
3	2	7	129	-131	-6	4	7	62	53	-3	6	7	61	62	5	0	8	161	196	-16	2	8	34	-31
4	2	7	63	63	-5	4	7	23	28	1	6	7	29	-26	6	0	8	20	7	-14	2	8	21	-17
5	2	7	25	-21	-3	4	7	139	-120	2	6	7	34	-34	7	0	8	257	-263	-13	2	8	23	-18
6	2	7	180	179	-2	4	7	48	57	3	6	7	16	15	8	0	8	283	289	-12	2	8	46	48
8	2	7	91	-89	-1	4	7	98	-100	4	6	7	14	-8	9	0	8	275	-270	-11	2	8	41	42
9	2	7	113	-109	0	4	7	19	19	5	6	7	16	12	10	0	8	99	-93	-10	2	8	51	-54
10	2	7	14	17	1	4	7	42	-34	6	6	7	27	-27	11	0	8	165	-166	-9	2	8	50	-47
11	2	8	80	-82	2	4	7	130	130	7	6	7	40	40	12	0	8	224	225	-8	2	8	41	-39
12	2	7	91	93	3	4	7	56	-52	8	6	7	42	-39	13	0	8	54	62	-7	2	8	64	-63

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR TCUCT

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-6	2	8	139	136	14	3	8	18	13	-6	6	8	32	-29	0	1	9	512	484	18	2	9	15	3
-9	2	8	107	-101	15	3	8	24	13	-5	6	8	116	117	1	1	9	331	329	-16	3	9	22	-22
-4	2	8	191	192	16	3	8	15	10	-4	6	8	73	-72	2	1	9	443	-441	-15	3	9	41	-37
-3	2	8	76	-71	17	3	8	18	-14	-3	6	8	47	60	3	1	9	11	7	-14	3	9	103	105
-2	2	8	159	163	18	3	8	23	19	-2	6	8	58	-61	4	1	9	29	26	-4	3	9	25	-27
-1	2	8	78	-87	-14	4	8	27	-16	-1	6	8	52	47	5	1	9	169	-163	-8	3	9	57	51
0	2	8	20	22	-10	4	8	36	-34	0	6	8	67	-64	6	1	9	126	-124	-6	3	9	81	-87
1	2	8	195	192	-9	4	8	90	88	1	6	8	68	72	7	1	9	175	179	-5	3	9	327	322
2	2	8	257	254	-8	4	8	47	-46	2	6	8	75	-74	8	1	9	160	-163	-4	3	9	200	-204
3	2	8	125	-119	-7	4	8	86	-89	3	6	8	35	36	9	1	9	11	14	-3	3	9	29	35
4	2	8	87	-91	-6	4	8	69	64	4	6	8	57	-51	10	1	9	72	70	-2	3	9	192	-183
5	2	8	159	-165	-5	4	8	22	19	7	6	8	95	90	11	1	9	12	20	-1	3	9	139	137
6	2	8	44	30	-4	4	8	53	57	8	6	8	31	-32	12	1	9	63	62	0	3	9	80	-78
7	2	8	30	-29	-3	4	8	21	-16	9	6	8	17	6	13	1	9	56	56	1	3	9	66	62
8	2	8	55	-49	-2	4	8	14	13	12	6	8	30	-27	14	1	9	13	-13	2	3	9	151	-147
9	2	8	79	-76	-1	4	8	24	-17	13	6	8	38	31	15	1	9	25	17	3	3	9	36	41
10	2	8	69	65	1	4	8	104	104	14	6	8	17	-16	16	1	9	45	-46	4	3	9	28	-22
11	2	8	43	-33	2	4	8	12	-8	-7	7	8	24	20	18	1	9	21	-17	5	3	9	59	-55
12	2	8	20	21	3	4	8	48	-39	-6	7	8	46	-47	-16	2	9	39	-31	6	3	9	86	86
16	2	8	29	26	4	4	8	26	24	-5	7	8	38	40	-13	2	9	43	33	7	3	9	58	-65
17	2	8	27	-24	5	4	8	131	-124	0	7	8	18	-17	-12	2	9	114	-122	8	3	9	16	-11
19	2	8	15	-12	6	4	8	41	-46	1	7	8	38	40	-11	2	9	198	196	9	3	9	107	113
-15	3	8	14	-17	7	4	8	297	294	2	7	8	45	-42	-10	2	9	151	-156	12	3	9	15	20
-13	3	8	31	-31	8	4	8	167	-182	3	7	8	23	23	-9	2	9	121	121	13	3	9	19	-21
-10	3	8	67	70	9	4	8	18	17	4	7	8	44	-43	-8	2	9	111	-108	16	3	9	13	8
-9	3	8	62	-69	11	4	8	15	4	5	7	8	49	47	-7	2	9	210	207	17	3	9	14	-17
-8	3	8	56	55	12	4	8	67	-62	6	7	8	44	-42	-6	2	9	114	-105	-13	4	9	19	-36
-7	3	8	87	-89	13	4	8	27	32	7	7	8	31	29	-5	2	9	270	253	-10	4	9	52	-43
-6	3	8	223	229	17	4	8	17	14	10	7	8	16	-2	-4	2	9	293	-280	-8	4	9	73	75
-5	3	8	201	-187	-11	5	8	20	18	1	8	8	29	27	-3	2	9	16	16	-7	4	9	33	35
-4	3	8	82	70	-10	5	8	20	-8	1	8	8	15	-7	-2	2	9	185	-171	-6	4	9	81	-84
-3	3	8	94	-84	-4	5	8	33	30	2	8	8	16	9	-1	2	9	76	74	-5	4	9	17	-2
-2	3	8	187	171	-4	5	8	79	-75	7	8	8	17	-10	0	2	9	105	-94	-4	4	9	97	99
-1	3	8	225	-201	-3	5	8	34	38	-17	1	9	46	-49	1	2	9	107	101	-3	4	9	48	51
0	3	8	36	-30	0	5	8	30	23	-16	1	9	17	20	2	2	9	144	141	-2	4	9	29	-27
1	3	8	64	-62	1	5	8	115	-117	-15	1	9	16	9	3	2	9	19	21	-1	4	9	82	-92
2	3	8	29	30	2	5	8	113	111	-14	1	9	26	-18	5	2	9	14	19	0	4	9	116	-112
3	3	8	89	90	3	5	8	45	-44	-13	1	9	59	-65	6	2	9	82	91	1	4	9	184	188
4	3	8	131	119	4	5	8	95	92	-12	1	9	74	80	7	2	9	11	0	2	4	9	129	-135
5	3	8	103	-99	5	5	8	58	-54	-11	1	9	90	87	8	2	9	29	-30	3	4	9	119	116
6	3	8	149	144	6	5	8	25	24	-9	1	9	50	50	9	2	9	118	-117	4	4	9	64	-58
7	3	8	41	-39	9	5	8	14	-14	-8	1	9	29	24	10	2	9	11	-7	5	4	9	150	147
8	3	8	24	-28	10	5	8	16	9	-7	1	9	74	-63	12	2	9	98	-94	6	4	9	105	-109
9	3	8	21	14	12	5	8	26	23	-6	1	9	152	148	13	2	9	85	85	7	4	9	35	-36
10	3	8	71	-62	14	5	8	33	-26	-4	1	9	116	-99	14	2	9	40	44	8	4	9	26	-20
11	3	8	19	-12	17	5	8	14	3	-3	1	9	103	-113	15	2	9	42	-33	9	4	9	48	-44
12	3	8	21	18	-11	6	8	21	-16	-2	1	9	36	39	16	2	9	34	29	10	4	9	21	16
13	3	8	15	-10	-7	6	8	29	-25	-1	1	9	423	-400	17	2	9	15	3	11	4	9	30	29

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ICDCI

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
14	4	9	12	0	2	7	9	18	21	-9	1	10	56	-54	17	2	10	33	27	10	4	10	19	20
15	4	9	15	6	3	7	9	23	-25	-8	1	10	42	35	-15	3	10	26	-18	11	4	10	13	-6
-13	5	9	31	25	4	7	9	38	35	-7	1	10	34	30	-13	3	10	64	-73	-12	5	10	25	-16
-12	5	9	69	-57	5	7	9	26	-27	-6	1	10	70	79	-12	3	10	24	33	-10	5	10	29	26
-11	5	9	84	75	7	7	9	24	22	-5	1	10	170	-169	-10	3	10	62	59	-6	5	10	23	17
-10	5	9	27	-23	8	7	9	16	-10	-4	1	10	90	73	-9	3	10	63	57	-5	5	10	19	-3
-9	5	9	26	-22	10	7	9	16	8	-3	1	10	188	-176	-8	3	10	46	-46	-3	5	10	31	-22
-8	5	9	34	-34	0	8	9	49	47	-2	1	10	37	47	-7	3	10	62	59	-2	5	10	18	-18
-6	5	9	77	76	1	8	9	50	-48	-1	1	10	88	-79	-6	3	10	75	76	-1	5	10	24	32
-5	5	9	31	-33	2	8	9	28	25	0	1	10	311	279	-5	3	10	146	-145	1	5	10	25	-20
-4	5	9	58	56	3	8	9	13	-4	1	1	10	47	46	-4	3	10	31	30	2	5	10	41	-41
-3	5	9	106	-112	-17	0	10	84	77	2	1	10	207	198	-3	3	10	51	-49	3	5	10	66	70
-2	5	9	104	113	-16	0	10	45	-48	3	1	10	143	-143	-2	3	10	83	-80	4	5	10	13	-23
-1	5	9	53	-52	-15	0	10	56	-51	4	1	10	79	-78	-1	3	10	17	3	5	5	10	41	33
0	5	9	24	-25	-13	0	10	68	74	6	1	10	195	-200	0	3	10	14	22	6	5	10	33	-29
2	5	9	57	53	-12	0	10	80	81	7	1	10	27	-29	1	3	10	80	76	7	5	10	18	-12
3	5	9	68	-63	-10	0	10	47	-44	8	1	10	62	-76	2	3	10	32	24	8	5	10	14	13
4	5	9	54	-54	-9	0	10	80	-70	9	1	10	144	148	3	3	10	16	-9	9	5	10	31	-29
5	5	9	21	-23	-8	0	10	29	37	10	1	10	27	-15	5	3	10	42	49	10	5	10	43	43
6	5	9	158	157	-7	0	10	57	-47	11	1	10	53	42	7	3	10	165	-170	13	5	10	15	-4
7	5	9	42	-50	-6	0	10	180	-186	12	1	10	44	40	8	3	10	41	41	14	5	10	26	19
8	5	9	12	9	-5	0	10	119	108	14	1	10	65	-63	9	3	10	58	57	-10	6	10	25	-21
9	5	9	17	15	-4	0	10	103	-99	15	1	10	52	45	10	3	10	11	-8	-9	6	10	21	26
10	5	9	30	-36	-3	0	10	203	-219	16	1	10	16	-13	11	3	10	22	-17	-7	6	10	24	-22
11	5	9	20	-17	-2	0	10	62	-51	18	1	10	28	-25	12	3	10	20	24	-6	6	10	74	73
13	5	9	17	10	-1	0	10	578	537	-12	2	10	58	59	13	3	10	41	42	-5	6	10	18	0
14	5	9	26	25	0	0	10	214	192	-11	2	10	108	108	14	3	10	23	-23	-4	6	10	44	-47
-8	6	9	16	-17	1	0	10	155	-132	-10	2	10	75	-72	16	3	10	14	3	-3	6	10	30	37
-6	6	9	44	53	2	0	10	180	-175	-8	2	10	40	-27	17	3	10	20	-16	-2	6	10	26	-24
-3	6	9	17	-2	3	0	10	31	23	-6	2	10	101	-96	-12	4	10	27	23	-1	6	10	20	-20
-1	6	9	32	31	4	0	10	498	-482	-4	2	10	130	-127	-10	4	10	39	-37	0	6	10	14	14
0	6	9	15	12	5	0	10	86	76	-3	2	10	17	-11	-7	4	10	92	-91	1	6	10	34	36
1	6	9	24	-24	6	0	10	27	14	-2	2	10	89	95	-6	4	10	223	217	2	6	10	54	-52
2	6	9	31	33	7	0	10	302	302	-1	2	10	74	-87	-5	4	10	86	-95	3	6	10	31	33
3	6	9	36	-40	8	0	10	32	-36	0	2	10	226	218	-4	4	10	151	-138	4	6	10	25	-26
4	6	9	27	23	9	0	10	215	212	1	2	10	142	-131	-3	4	10	122	120	6	6	10	44	47
5	6	9	32	-34	10	0	10	119	-118	2	2	10	70	67	-2	4	10	51	-50	7	6	10	21	18
6	6	9	34	34	12	0	10	20	-36	3	2	10	77	71	-1	4	10	76	-74	8	6	10	45	-44
7	6	9	14	-13	13	0	10	38	-23	4	2	10	40	42	0	4	10	53	41	9	6	10	32	32
9	6	9	22	15	14	0	10	13	3	5	2	10	10	-6	1	4	10	50	41	10	6	10	30	-25
10	6	9	22	-25	15	0	10	91	-80	6	2	10	14	7	2	4	10	41	-41	-5	7	10	31	30
11	6	9	30	32	-16	1	10	34	28	7	2	10	71	-69	3	4	10	15	-19	0	7	10	14	13
12	6	9	19	12	-15	1	10	34	-31	8	2	10	93	93	4	4	10	68	67	1	7	10	26	-24
13	6	9	49	-38	-14	1	10	19	-14	9	2	10	51	-49	5	4	10	28	-24	2	7	10	13	14
-6	7	9	29	21	-13	1	10	34	-36	10	2	10	19	-14	6	4	10	71	72	3	7	10	25	-22
-5	7	9	17	6	-12	1	10	136	135	13	2	10	42	41	7	4	10	22	-13	4	7	10	20	17
0	7	9	22	23	-11	1	10	82	-87	14	2	10	61	-65	8	4	10	19	14	6	7	10	30	-28
1	7	9	26	-27	-10	1	10	19	11	16	2	10	22	-18	9	4	10	73	-75	7	7	10	50	40

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
8	7	10	22	-22	-4	2	11	54	43	-9	4	11	26	-38	2	7	11	14	10	-1	1	12	116	104
0	8	10	29	20	-3	2	11	105	-101	-8	4	11	26	37	3	7	11	15	-13	0	1	12	72	-71
2	8	10	16	-13	-2	2	11	97	90	-7	4	11	25	-23	5	7	11	14	13	1	1	12	149	-152
3	9	10	22	19	-1	2	11	180	-176	-6	4	11	53	-59	0	8	11	37	-28	2	1	12	139	144
-16	1	11	51	-44	0	2	11	162	158	-4		11	44	-40	1	8	11	16	13	3	1	12	104	110
-15	1	11	23	27	1	2	11	210	201	-2	4	11	141	137	3	8	11	19	12	4	1	12	31	-31
-14	1	11	46	-48	2	2	11	261	-264	-1	4	11	45	-50	-16	0	12	30	30	5	1	12	91	-89
-13	1	11	59	63	3	2	11	151	161	0	4	11	111	106	-15	0	12	24	-19	7	1	12	78	80
-12	1	11	122	117	4	2	11	25	24	1	4	11	121	-111	-14	0	12	72	71	8	1	12	107	-107
-11	1	11	141	-135	5	2	11	29	-27	2	4	11	116	115	-13	0	12	21	19	9	1	12	33	-34
-10	1	11	27	-25	6	2	11	67	-64	3	4	11	114	-130	-12	0	12	38	-38	10	1	12	23	27
-9	1	11	43	39	7	2	11	85	-81	4	4	11	99	101	-11	0	12	25	-31	11	1	12	28	32
-8	1	11	70	-65	8	2	11	174	179	5	4	11	121	-116	-10	0	12	29	22	12	1	12	15	9
-7	1	11	59	-50	9	2	11	60	-61	7	4	11	72	76	-9	0	12	148	-139	14	1	12	13	-7
-6	1	11	95	92	10	2	11	68	67	10	4	11	25	-27	-8	0	12	35	32	15	1	12	16	12
-5	1	11	42	38	11	2	11	55	-57	12	4	11	18	17	-7	0	12	91	94	17	1	12	18	7
-4	1	11	99	-93	12	2	11	36	31	14	4	11	28	-28	-6	0	12	228	223	-15	2	12	23	16
-3	1	11	195	191	13	2	11	31	-28	15	4	11	34	28	-5	0	12	138	-143	-13	2	12	35	34
-2	1	11	20	25	15	2	11	25	-21	16	4	11	16	-12	-4	0	12	45	37	-11	2	12	60	-60
-1	1	11	42	45	-12	3	11	24	-31	-9	5	11	18	-7	-2	0	12	233	-222	-10	2	12	84	86
0	1	11	234	243	-10	3	11	73	-69	-7	5	11	85	85	-1	0	12	115	104	-8	2	12	28	34
1	1	11	120	-115	-9	3	11	61	65	-5	5	11	34	-28	0	0	12	19	-10	-7	2	12	22	-13
2	1	11	31	36	-8	3	11	40	-43	-3	5	11	44	-45	1	0	12	74	56	-6	2	12	71	-71
3	1	11	208	-217	-7	3	11	77	70	-2	5	11	60	-60	2	0	12	208	-197	-5	2	12	61	64
4	1	11	44	46	-6	3	11	74	69	-1	5	11	59	50	3	0	12	89	86	-4	2	12	39	-42
5	1	11	50	-43	-5	3	11	148	-142	0	5	11	36	32	4	0	12	81	-73	-3	2	12	61	-60
6	1	11	62	64	-4	3	11	180	176	1	5	11	39	46	5	0	12	116	-114	-1	2	12	44	42
8	1	11	107	108	-3	3	11	28	27	2	5	11	41	-42	6	0	12	102	110	0	2	12	73	87
9	1	11	185	-192	-1	3	11	48	43	3	5	11	17	18	7	0	12	112	119	1	2	12	157	-146
10	1	11	35	33	0	3	11	97	-92	4	5	11	24	-19	8	0	12	278	-290	2	2	12	146	-146
11	1	11	92	-82	1	3	11	14	-18	5	5	11	12	1	9	0	12	193	206	3	2	12	77	76
12	1	11	101	107	2	3	11	40	-31	6	5	11	19	14	10	0	12	91	91	4	2	12	74	67
13	1	11	62	-58	3	3	11	42	48	7	5	11	19	-20	11	0	12	82	77	5	2	12	40	39
14	1	11	31	-29	4	3	11	73	-76	9	5	11	16	-11	12	0	12	38	-44	8	2	12	52	-52
15	1	11	25	32	5	3	11	58	57	11	5	11	17	-16	14	0	12	32	-33	9	2	12	52	50
16	1	11	38	33	6	3	11	54	57	13	5	11	21	16	15	0	12	62	59	12	2	12	52	62
17	1	11	16	-11	7	3	11	48	51	14	5	11	52	-45	16	0	12	69	-66	13	2	12	36	-40
18	1	11	25	19	8	3	11	236	-240	-6	6	11	29	28	-16	1	12	20	4	14	2	12	16	-19
-16	2	11	80	-69	9	3	11	92	99	-5	6	11	24	-18	-13	1	12	56	51	15	2	12	26	25
-14	2	11	24	-28	10	3	11	16	-11	-1	6	11	34	31	-12	1	12	18	-9	16	2	12	21	-18
-13	2	11	37	-42	11	3	11	43	47	0	6	11	71	-76	-11	1	12	30	31	-14	3	12	24	-13
-12	2	11	32	35	12	3	11	21	-26	1	6	11	29	34	-10	1	12	22	-13	-13	3	12	23	22
-11	2	11	48	40	13	3	11	14	19	8	6	11	17	-20	-9	1	12	47	-41	-10	3	12	70	-77
-10	2	11	16	9	15	3	11	23	-23	9	6	11	21	18	-7	1	12	90	-93	-9	3	12	43	42
-9	2	11	40	41	16	3	11	24	18	11	6	11	17	-14	-6	1	12	40	-41	-8	3	12	18	16
-7	2	11	61	60	17	3	11	27	-17	-4	7	11	27	-15	-5	1	12	114	105	-7	3	12	20	31
-6	2	11	74	-69	-12	4	11	40	35	-2	7	11	19	4	-4	1	12	42	-37	-6	3	12	100	-109
-5	2	11	113	-100	-11	4	11	20	-1	0	7	11	10	-1	-3	1	12	55	51	-5	3	12	45	40

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-3	1	12	41	44	7	5	12	24	-21	10	1	13	64	-62	2	3	13	127	-129	8	5	13	22	-21
-2	1	12	63	-63	8	5	12	27	23	11	1	13	40	39	3	3	13	90	81	9	5	13	19	22
-1	1	12	37	41	10	5	12	24	-18	12	1	13	31	-36	4	3	13	57	-65	10	5	13	20	-20
0	1	12	19	17	11	5	12	21	18	13	1	13	73	-69	5	3	13	36	36	12	5	13	25	25
1	1	12	66	64	12	5	12	18	-12	14	1	13	57	55	6	3	13	19	24	-1	6	13	20	-20
2	1	12	113	-111	-8	6	12	26	-25	15	1	13	54	-47	7	3	13	46	-43	0	6	13	15	18
3	1	12	95	98	-7	6	12	34	34	17	1	13	27	22	8	3	13	42	41	2	6	13	19	-20
4	1	12	141	-145	-6	6	12	34	32	-15	2	13	38	-27	9	3	13	19	-26	3	6	13	19	21
5	1	12	116	124	-5	6	12	58	-51	-14	2	13	19	6	12	3	13	13	-9	5	6	13	23	21
6	1	12	113	-116	-4	6	12	17	-15	-13	2	13	31	-28	13	3	13	13	14	6	6	13	21	-21
7	1	12	95	95	0	6	12	23	-19	-12	2	13	82	91	14	3	13	27	-27	7	6	13	15	8
8	1	12	42	-43	1	6	12	39	34	-11	2	13	130	-136	15	3	13	25	16	10	6	13	23	14
9	1	12	13	2	2	6	12	19	-21	-10	2	13	52	61	16	3	13	26	-21	3	7	13	21	19
12	1	12	17	-6	4	6	12	24	-18	-9	2	13	37	30	-12	4	13	29	-17	4	7	13	23	-20
13	1	12	31	30	6	6	12	39	39	-8	2	13	24	-25	-10	4	13	53	48	6	7	13	19	19
-13	4	12	24	20	7	6	12	37	-40	-7	2	13	16	4	-9	4	13	32	-30	7	7	13	33	-30
-11	4	12	14	12	8	6	12	15	11	-6	2	13	40	-36	-8	4	13	20	24	-15	0	14	31	-33
-10	4	12	10	-11	11	6	12	17	-9	-5	2	13	47	46	-7	4	13	95	-91	-14	0	14	46	44
-9	4	12	48	44	-1	7	12	21	-25	-4	2	13	38	45	-6	4	13	129	134	-12	0	14	33	33
-8	4	12	38	-39	1	7	12	22	-22	-3	2	13	33	35	-5	4	13	107	-112	-11	0	14	105	-100
-7	4	12	71	68	2	7	12	40	35	-2	2	13	60	-56	-4	4	13	40	42	-10	0	14	76	74
-6	4	12	30	-31	3	7	12	20	-20	-1	2	13	21	-36	-3	4	13	119	-116	-9	0	14	60	-59
-4	4	12	54	-54	4	7	12	19	20	0	2	13	71	79	-2	4	13	47	51	-8	0	14	73	-82
-3	4	12	59	-49	5	7	12	32	-30	1	2	13	144	-144	0	4	13	94	87	-6	0	14	221	218
-2	4	12	101	94	6	7	12	35	36	2	2	13	42	36	1	4	13	76	-75	-5	0	14	207	-188
-1	4	12	92	-95	7	7	12	18	-20	3	2	13	93	-97	2	4	13	84	87	-4	0	14	155	147
0	4	12	36	39	-14	1	13	44	-42	4	2	13	95	98	3	4	13	18	-21	-3	0	14	254	252
1	4	12	25	-29	-13	1	13	71	76	5	2	13	13	4	4	4	13	40	-36	-2	0	14	26	-23
3	4	12	64	-64	-12	1	13	60	-62	7	2	13	60	-86	5	4	13	40	-39	-1	0	14	128	-128
4	4	12	30	25	-11	1	13	27	24	8	2	13	59	62	6	4	13	13	7	0	0	14	69	-66
5	4	12	57	55	-10	1	13	73	-77	9	2	13	27	32	8	4	13	20	15	1	0	14	120	-125
6	4	12	51	48	-9	1	13	46	42	10	2	13	15	-12	10	4	13	17	14	2	0	14	20	20
7	4	12	133	-137	-8	1	13	20	-23	11	2	13	13	6	14	4	13	22	18	3	0	14	20	19
8	4	12	51	60	-6	1	13	61	-65	12	2	13	57	61	-9	5	13	19	9	4	0	14	46	-55
10	4	12	21	-19	-5	1	13	102	99	13	2	13	59	-55	-7	5	13	21	12	5	0	14	66	65
12	4	12	17	16	-4	1	13	134	-135	15	2	13	20	20	-5	5	13	29	-29	8	0	14	28	-22
-11	5	12	22	-12	-3	1	13	90	-99	16	2	13	18	-19	-4	5	13	16	8	9	0	14	33	-40
-9	5	12	34	21	-2	1	13	101	100	-14	3	13	35	28	-3	5	13	21	25	11	0	14	15	-3
-7	5	12	47	45	-1	1	13	128	117	-13	3	13	29	-30	-2	5	13	34	-37	12	0	14	28	-23
-6	5	12	57	-42	0	1	13	45	-41	-9	3	13	71	-63	-1	5	13	43	-44	13	0	14	25	30
-5	5	12	21	34	1	1	13	213	-206	-8	3	13	26	25	0	5	13	118	110	14	0	14	35	-33
-4	5	12	31	-30	2	1	13	194	191	-6	3	13	61	56	1	5	13	68	-74	15	0	14	45	43
-3	5	12	55	53	4	1	13	12	6	-5	3	13	221	-209	2	5	13	13	-10	16	0	14	34	45
-2	5	12	44	-45	5	1	13	28	26	-4	3	13	36	38	3	5	13	58	53	-14	1	14	42	37
0	5	12	34	-26	6	1	13	32	30	-3	3	13	180	184	4	5	13	13	0	-13	1	14	30	17
1	5	12	72	73	7	1	13	83	-83	-1	3	13	57	34	5	5	13	17	15	-12	1	14	42	-40
2	5	12	54	-55	8	1	13	81	81	0	3	13	17	-7	6	5	13	30	-30	-11	1	14	58	63
6	5	12	24	23	9	1	13	22	23	1	3	13	16	14	7	5	13	16	-2	-10	1	14	37	45

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-8	1	14	24	-26	-3	3	14	74	68	4	6	14	14	-3	1	2	15	76	-79	11	4	15	20	17
-7	1	14	67	-64	-1	3	14	32	22	5	6	14	36	38	2	2	15	19	29	12	4	15	31	-28
-6	1	14	23	-20	0	3	14	18	26	6	6	14	59	-57	3	2	15	18	10	13	4	15	33	25
-5	1	14	63	-56	1	3	14	14	-25	7	6	14	17	12	4	2	15	136	-137	-8	5	15	18	-19
-3	1	14	22	19	2	3	14	40	-33	8	6	14	21	13	5	2	15	104	106	-6	5	15	14	-17
-2	1	14	144	131	4	3	14	32	26	0	7	14	15	-11	6	2	15	38	-43	-5	5	15	16	-3
0	1	14	32	29	5	3	14	82	-82	1	7	14	13	4	7	2	15	155	159	-3	5	15	41	39
1	1	14	94	-93	7	3	14	103	103	6	7	14	18	21	8	2	15	127	-127	-2	5	15	33	-31
2	1	14	34	-28	9	3	14	33	-34	-14	1	15	21	24	9	2	15	46	53	-1	5	15	46	43
3	1	14	11	6	10	3	14	26	27	-12	1	15	67	-68	10	2	15	24	-31	0	5	15	42	-40
4	1	14	54	57	11	3	14	18	-17	-11	1	15	60	61	11	2	15	27	21	1	5	15	13	0
5	1	14	93	-92	13	3	14	16	-16	-10	1	15	31	25	13	2	15	42	-44	6	5	15	15	12
6	1	14	39	40	-10	4	14	30	-30	-9	1	15	39	-35	14	2	15	24	24	7	5	15	15	-17
8	1	14	28	28	-9	4	14	34	32	-8	1	15	47	40	-11	3	15	47	-40	8	5	15	19	18
9	1	14	23	-32	-8	4	14	32	21	-7	1	15	19	13	-10	3	15	93	98	10	5	15	32	29
11	1	14	13	12	-7	4	14	44	47	-6	1	15	41	-45	-8	3	15	28	-22	11	5	15	28	-20
12	1	14	42	-42	-5	4	14	109	-104	-5	1	15	19	6	-7	3	15	24	24	-1	6	15	41	-28
13	1	14	21	24	-5	4	14	22	31	-4	1	15	100	93	-6	3	15	59	-52	0	6	15	24	21
14	1	14	17	-14	-4	4	14	73	73	-3	1	15	113	-109	-5	3	15	39	37	1	6	15	14	8
-13	2	14	21	26	-3	4	14	74	-74	-2	1	15	37	-38	-4	3	15	21	-20	2	6	15	16	-21
-12	2	14	35	-41	-1	4	14	83	73	-1	1	15	44	40	-3	3	15	81	-76	3	6	15	14	10
-11	2	14	44	-46	0	4	14	35	-38	0	1	15	246	-231	-2	3	15	88	80	6	6	15	15	3
-10	2	14	25	19	4	4	14	30	-32	1	1	15	128	126	-1	3	15	78	-75	-13	0	16	20	18
-9	2	14	91	79	5	4	14	48	53	2	1	15	12	-7	0	3	15	121	121	-12	0	16	28	-27
-7	2	14	30	39	6	4	14	30	-31	3	1	15	15	10	1	3	15	70	-69	-11	0	16	26	23
-5	2	14	52	-46	7	4	14	27	-33	4	1	15	83	84	2	3	15	99	97	-10	0	16	20	9
-4	2	14	44	51	8	4	14	49	51	5	1	15	34	32	3	3	15	32	-34	-9	0	16	51	48
-3	2	14	69	54	9	4	14	24	-27	6	1	15	19	25	4	3	15	31	32	-8	0	16	43	-41
-2	2	14	84	-86	10	4	14	15	11	7	1	15	94	-99	6	3	15	100	-97	-7	0	16	16	-16
-1	2	14	76	83	11	4	14	19	12	8	1	15	32	-42	7	3	15	42	41	-6	0	16	95	-88
0	2	14	71	-64	13	4	14	21	-13	9	1	15	43	44	9	3	15	16	15	-5	0	16	45	46
1	2	14	78	-74	0	5	14	44	-39	12	1	15	25	-19	10	3	15	15	-14	-4	0	16	74	-71
2	2	14	99	102	1	5	14	34	37	13	1	15	19	-4	11	3	15	19	18	-2	0	16	134	140
3	2	14	61	-70	3	5	14	12	-16	14	1	15	26	22	13	3	15	19	14	-1	0	16	48	-40
5	2	14	12	8	6	5	14	23	-21	15	1	15	28	22	14	3	15	26	-26	0	0	16	91	81
6	2	14	47	48	7	5	14	34	37	16	1	15	34	-32	-9	4	15	27	-29	1	0	16	23	-27
7	2	14	19	-16	8	5	14	17	-21	-13	2	15	46	47	-7	4	15	23	26	2	0	16	36	27
8	2	14	17	-19	9	5	14	22	23	-12	2	15	48	-43	-6	4	15	28	-24	3	0	16	52	50
9	2	14	14	-10	10	5	14	18	-3	-11	2	15	23	-10	-5	4	15	43	37	5	0	16	53	-53
10	2	14	13	3	11	5	14	29	-26	-9	2	15	18	-1	-4	4	15	25	17	6	0	16	84	-90
12	2	14	14	0	12	5	14	23	19	-8	2	15	46	40	-2	4	15	50	-47	7	0	16	47	-55
13	2	14	19	-17	-6	6	14	28	-29	-7	2	15	67	-68	0	4	15	22	-24	8	0	16	84	89
14	2	14	24	27	-5	6	14	22	-9	-5	2	15	34	37	1	4	15	34	25	11	0	16	16	21
16	2	14	23	22	-4	6	14	22	25	-4	2	15	17	16	5	4	15	14	-9	14	0	16	22	23
-8	3	14	13	20	0	6	14	16	6	-3	2	15	50	47	6	4	15	55	52	15	0	16	55	-51
-6	3	14	63	-64	1	6	14	19	-17	-2	2	15	18	-2	7	4	15	47	-49	-13	1	16	25	-19
-5	3	14	99	101	2	6	14	23	20	-1	2	15	129	126	8	4	15	23	25	-11	1	16	28	-29
-4	3	14	106	-97	3	6	14	15	-14	0	2	15	151	-129	10	4	15	30	-22	-10	1	16	17	12

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-9	1	16	58	56	1	3	16	67	-66	-1	1	17	44	-40	-4	4	17	14	1	-8	1	18	22	17
-7	1	16	35	37	2	3	16	89	84	1	1	17	12	-4	1	4	17	31	24	-7	1	18	19	19
-5	1	16	47	-42	3	3	16	99	-91	2	1	17	44	41	2	4	17	22	-21	-6	1	18	38	28
-3	1	16	93	-91	4	3	16	91	95	3	1	17	61	-63	3	4	17	13	9	-5	1	18	35	-33
-1	1	16	62	-52	5	3	16	39	-47	4	1	17	43	-41	5	4	17	22	27	-1	1	18	20	-16
0	1	16	72	65	6	3	16	65	65	5	1	17	36	46	6	4	17	39	-38	1	1	18	18	-20
1	1	16	12	8	7	3	16	40	-42	7	1	17	15	-10	7	4	17	25	25	2	1	18	44	40
2	1	16	20	10	9	3	16	18	11	8	1	17	34	36	8	4	17	15	-13	3	1	18	40	-41
3	1	16	56	-60	11	3	16	14	4	10	1	17	14	-5	9	4	17	21	15	5	1	18	38	45
4	1	16	99	98	13	3	16	23	-23	13	1	17	28	28	11	4	17	19	-19	6	1	18	13	1
5	1	16	24	-23	14	3	16	34	33	14	1	17	35	-31	-5	5	17	35	31	7	1	18	26	23
6	1	16	64	69	-9	4	16	38	-33	-12	2	17	33	-34	-4	5	17	30	-19	8	1	18	15	-9
7	1	16	115	-114	-8	4	16	26	30	-9	2	17	59	-49	-3	5	17	19	14	9	1	18	16	-13
8	1	16	45	48	-7	4	16	21	-22	-8	2	17	21	26	0	5	17	45	-42	11	1	18	24	-19
9	1	16	25	-33	-6	4	16	37	-49	-7	2	17	22	14	1	5	17	26	27	13	1	18	17	-23
10	1	16	15	13	-5	4	16	46	40	-6	2	17	44	41	3	5	17	14	-13	-8	2	18	49	-41
11	1	16	21	-22	-4	4	16	18	17	-5	2	17	18	-7	6	5	17	23	-21	-7	2	18	44	42
12	1	16	18	19	-2	4	16	17	-12	-4	2	17	98	-88	7	5	17	24	21	-6	2	18	44	-38
14	1	16	21	21	0	4	16	12	4	-3	2	17	83	78	9	5	17	25	-21	-5	2	18	61	56
15	1	16	19	-17	1	4	16	47	-45	-2	2	17	48	-46	0	6	17	15	-12	-3	2	18	33	-32
-12	2	16	45	-45	2	4	16	39	37	-1	2	17	87	85	2	6	17	19	20	-1	2	18	32	-37
-11	2	16	43	46	4	4	16	18	12	0	2	17	104	-100	3	6	17	16	-21	0	2	18	13	-1
-9	2	16	22	-25	5	4	16	26	-26	1	2	17	97	98	5	6	17	17	-15	1	2	18	58	61
-7	2	16	46	44	6	4	16	16	-10	2	2	17	45	-43	-10	0	18	29	-20	2	2	18	27	-28
-6	2	16	23	9	7	4	16	15	22	3	2	17	47	40	-9	0	18	28	24	3	2	18	27	-16
-5	2	16	26	-20	9	4	16	18	10	4	2	17	37	-45	-8	0	18	20	17	4	2	18	34	35
-3	2	16	42	43	10	4	16	23	-24	5	2	17	21	-30	-7	0	18	48	-43	6	2	18	33	-40
-2	2	16	19	-22	12	4	16	17	9	6	2	17	21	-23	-6	0	18	39	-40	7	2	18	41	36
0	2	16	87	-83	-7	5	16	37	-32	9	2	17	15	14	-5	0	18	45	55	9	2	18	19	-12
1	2	16	99	98	-6	5	16	36	25	11	2	17	25	22	-3	0	18	119	-115	10	2	18	17	20
2	2	16	12	-4	-2	5	16	20	-22	12	2	17	34	-35	-2	0	18	34	29	11	2	18	18	-19
3	2	16	43	39	1	5	16	26	-28	13	2	17	41	43	0	0	18	26	-32	12	2	18	14	-8
4	2	16	39	-47	3	5	16	18	12	14	2	17	32	-29	1	0	18	140	140	13	2	18	23	20
6	2	16	17	17	4	5	16	18	-13	-7	3	17	85	-82	2	0	18	49	-51	-5	3	18	37	-37
7	2	16	41	-42	9	5	16	15	-10	-6	3	17	33	29	3	0	18	36	-37	-4	3	18	56	51
8	2	16	45	46	10	5	16	16	16	-5	3	17	60	62	4	0	18	135	134	-3	3	18	18	-16
11	2	16	23	-9	0	6	16	24	18	-3	3	17	51	-53	5	0	18	82	-87	0	3	18	54	-56
12	2	16	16	-20	1	6	16	28	-28	0	3	17	25	-30	6	0	18	54	-52	1	3	18	33	35
14	2	16	38	34	6	6	16	20	-21	2	3	17	26	30	7	0	18	19	23	3	3	18	26	-30
-10	3	16	22	20	7	6	16	15	17	4	3	17	17	-10	8	0	18	28	-27	5	3	18	14	11
-8	3	16	29	-22	-12	1	17	23	30	6	3	17	37	-40	9	0	18	36	-34	6	3	18	28	31
-7	3	16	47	-45	-11	1	17	28	16	7	3	17	45	44	10	0	18	20	9	7	3	18	39	-39
-6	3	16	132	120	-9	1	17	17	2	8	3	17	25	14	12	0	18	18	-5	12	3	18	16	-19
-5	3	16	41	-39	-8	1	17	22	19	9	3	17	43	-43	13	0	18	19	20	-7	4	18	18	-13
-3	3	16	47	-39	-6	1	17	73	-71	11	3	17	14	8	14	0	18	23	19	-6	4	18	36	31
-2	3	16	42	39	-4	1	17	82	84	-8	4	17	32	-29	-11	1	18	22	13	-4	4	18	21	-4
-1	3	16	90	-90	-3	1	17	44	41	-7	4	17	33	33	-10	1	18	40	-35	-1	4	18	20	13
0	3	16	22	22	-2	1	17	40	-44	-6	4	17	44	-43	-9	1	18	25	19	0	4	18	16	-12

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
1	4	18	11	-4	2	2	19	29	-24	-6	0	20	29	24	1	2	20	31	-30	6	2	21	23	24
2	4	18	31	30	4	2	19	18	18	-5	0	20	27	-20	3	2	20	20	18	9	2	21	19	-18
4	4	18	19	-10	6	2	19	23	22	-3	0	20	19	3	4	2	20	33	-27	1	3	21	16	11
5	4	18	19	12	7	2	19	59	-61	-2	0	20	19	20	5	2	20	20	17	2	3	21	18	8
7	4	18	17	17	8	2	19	14	17	-1	0	20	52	-47	6	2	20	14	-20	3	3	21	18	-12
8	4	18	21	-17	9	2	19	19	18	0	0	20	50	49	7	2	20	32	34	5	3	21	26	25
10	4	18	17	17	10	2	19	23	-18	1	0	20	27	-21	10	2	20	14	5	7	3	21	23	-22
-1	5	18	21	-16	-7	3	19	26	-25	2	0	20	49	42	-6	3	20	46	-43	1	4	21	20	-11
4	5	18	13	-14	-4	3	19	25	-28	3	0	20	100	-100	-4	3	20	21	10	2	4	21	15	4
7	5	18	20	-1	0	3	19	16	-17	4	0	20	32	28	1	3	20	28	33	3	4	21	14	-9
3	6	18	17	-12	1	3	19	45	44	5	0	20	54	47	2	3	20	36	-34	6	4	21	19	20
-9	1	19	39	-27	2	3	19	17	9	8	0	20	10	22	3	3	20	19	15	1	0	22	35	-34
-7	1	19	38	29	3	3	19	93	-91	9	0	20	25	-19	5	3	20	36	35	2	0	22	35	31
-6	1	19	21	-18	4	3	19	57	55	10	0	20	15	-12	6	3	20	44	-42	3	0	22	25	30
-5	1	19	35	29	5	3	19	69	-71	11	0	20	13	6	7	3	20	24	22	4	0	22	52	-48
-4	1	19	21	-25	6	3	19	45	49	-9	1	20	30	-24	10	3	20	20	-13	5	0	22	13	9
0	1	19	60	60	7	3	19	23	-19	-8	1	20	23	22	0	4	20	17	-1	7	0	22	21	-17
1	1	19	19	-16	9	3	19	24	23	-5	1	20	20	20	1	4	20	16	16	3	1	22	28	26
2	1	19	54	-50	10	3	19	27	-22	-4	1	20	49	-47	2	4	20	24	-26	4	1	22	15	-8
3	1	19	89	88	-4	4	19	37	-35	-3	1	20	46	42	3	4	20	30	24	5	1	22	17	5
4	1	19	74	-75	-3	4	19	28	28	-2	1	20	92	-94	4	4	20	20	-21	7	1	22	17	-13
5	1	19	12	-6	-2	4	19	34	-32	-1	1	20	94	94	6	4	20	26	21	9	1	22	17	12
6	1	19	14	-21	-1	4	19	28	18	0	1	20	51	-52	0	5	20	17	-11	1	2	22	14	-19
11	1	19	20	-18	1	4	19	21	-17	1	1	20	40	40	2	1	21	43	-39	4	2	22	17	13
12	1	19	42	36	2	4	19	21	19	4	1	20	23	-22	3	1	21	16	16	5	2	22	30	-28
-9	2	19	18	10	4	4	19	19	17	5	1	20	14	-4	4	1	21	26	24	6	2	22	23	23
-8	2	19	37	-49	6	4	19	22	23	6	1	20	13	-14	5	1	21	17	-15	8	2	22	21	-17
-7	2	19	23	26	7	4	19	34	-31	7	1	20	23	18	7	1	21	40	41	0	3	22	20	21
-6	2	19	29	27	9	4	19	24	-18	8	1	20	17	11	8	1	21	35	-37	1	3	22	20	-19
-5	2	19	37	-33	1	5	19	24	30	-8	2	20	23	17	9	1	21	14	-7	2	3	22	15	-6
-4	2	19	38	39	2	5	19	28	-27	-7	2	20	61	-57	10	1	21	19	10	3	3	22	17	19
-3	2	19	39	-33	4	5	19	20	6	-6	2	20	35	33	0	2	21	43	40	1	4	22	22	27
-2	2	19	52	42	-9	0	20	34	29	-5	2	20	20	6	2	2	21	13	-10	2	4	22	49	-49
-1	2	19	89	-95	-8	0	20	37	28	-1	2	20	27	-24	4	2	21	14	3	3	4	22	17	20
0	2	19	75	69	-7	0	20	60	-53	0	2	20	43	38	5	2	21	20	-12					

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR PCPHTH

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
1	0	0	339	306	0	6	0	175	163	-2	1	1	26	-18	-2	4	1	385	-361	6	7	1	32	-27
2	0	0	371	349	1	6	0	329	-319	-1	1	1	892	886	-1	4	1	239	-222	-8	8	1	48	32
3	0	0	21	-23	2	6	0	218	240	0	1	1	191	196	0	4	1	255	271	-6	8	1	23	16
4	0	0	57	-61	3	6	0	132	134	1	1	1	975	-606	1	4	1	322	333	-5	8	1	73	74
5	0	0	56	-65	4	6	0	101	104	2	1	1	952	972	2	4	1	37	41	-4	8	1	64	-59
6	0	0	332	338	6	6	0	78	72	3	1	1	175	177	3	4	1	375	-384	-3	8	1	209	202
7	0	0	83	-68	7	6	0	41	-36	4	1	1	79	-67	4	4	1	148	-135	-2	8	1	180	180
1	1	0	475	-949	8	6	0	33	28	5	1	1	40	-36	5	4	1	87	85	-1	8	1	53	48
2	1	0	290	-291	2	7	0	121	139	6	1	1	37	43	6	4	1	77	61	1	8	1	58	60
3	1	0	113	-117	3	7	0	108	111	7	1	1	49	73	7	4	1	56	68	2	8	1	113	-120
4	1	0	106	-89	4	7	0	35	28	8	1	1	49	38	9	4	1	39	-25	3	8	1	52	48
5	1	0	25	-25	5	7	0	26	-41	-9	2	1	54	56	-8	5	1	45	-31	4	8	1	40	53
6	1	0	30	27	6	7	0	60	48	-8	2	1	25	29	-6	5	1	39	-26	5	8	1	44	-39
7	1	0	79	-69	7	7	0	20	-13	-7	2	1	65	63	-5	5	1	28	34	7	8	1	39	-32
8	1	0	31	-33	0	8	0	187	-184	-6	2	1	142	-132	-4	5	1	25	-7	-9	9	1	30	-28
9	1	0	26	4	1	8	0	79	83	-5	2	1	46	38	-3	5	1	58	65	-4	9	1	73	59
0	2	0	656	690	2	8	0	206	213	-4	2	1	170	-155	-2	5	1	73	-72	-3	9	1	40	31
1	2	0	873	871	3	8	0	29	-20	-3	2	1	129	-131	-1	5	1	235	229	-2	9	1	59	-68
2	2	0	316	306	4	8	0	117	108	-2	2	1	268	-261	0	5	1	101	101	-1	9	1	103	-111
3	2	0	352	-350	5	8	0	47	45	-1	2	1	189	194	1	5	1	85	80	0	9	1	27	-16
4	2	0	62	46	6	8	0	36	-36	0	2	1	392	-366	2	5	1	75	76	1	9	1	25	-18
5	2	0	152	152	1	9	0	36	45	1	2	1	319	333	3	5	1	50	-43	2	9	1	56	58
6	2	0	148	-163	2	9	0	81	-79	2	2	1	65	-63	4	5	1	77	90	6	9	1	29	-38
7	2	0	63	73	4	9	0	108	97	3	2	1	502	-503	5	5	1	73	54	-5	10	1	41	-33
8	2	0	24	7	5	9	0	52	-38	4	2	1	240	-241	6	5	1	27	17	-4	10	1	44	53
0	3	0	34	-40	6	9	0	25	-15	5	2	1	31	-37	8	5	1	24	-30	-3	10	1	61	57
1	3	0	601	-621	0	10	0	33	35	6	2	1	145	159	-8	6	1	25	14	1	10	1	68	-69
2	3	0	293	-289	1	10	0	25	8	8	2	1	26	0	-6	6	1	51	60	2	10	1	37	28
3	3	0	168	-174	2	10	0	38	-41	9	2	1	52	-39	-5	6	1	81	-84	3	10	1	28	15
4	3	0	34	32	3	10	0	237	239	-7	3	1	70	-79	-2	6	1	88	-45	-4	11	1	31	16
5	3	0	51	-38	4	10	0	51	-64	-6	3	1	32	-26	-1	6	1	114	125	-3	11	1	39	25
9	3	0	27	-7	5	10	0	23	14	-5	3	1	39	45	0	6	1	43	46	-2	11	1	44	-53
0	4	0	661	-653	6	10	0	33	19	-4	3	1	20	-47	1	6	1	191	204	1	11	1	38	-40
1	4	0	253	-239	7	10	0	39	-28	-3	3	1	115	110	2	6	1	46	-37	3	11	1	31	21
2	4	0	209	-204	1	11	0	38	-48	-2	3	1	101	-107	3	6	1	88	65	5	11	1	28	13
3	4	0	194	184	2	11	0	44	40	-1	3	1	230	-216	4	6	1	107	-113	-3	12	1	26	-37
4	4	0	67	-70	0	12	0	22	8	0	3	1	319	-318	5	6	1	84	81	-1	12	1	57	-41
5	4	0	50	35	1	12	0	53	42	1	3	1	155	-150	6	6	1	58	52	0	12	1	73	-73
8	4	0	72	-90	2	12	0	57	54	2	3	1	126	123	-6	7	1	26	29	1	12	1	22	19
9	4	0	43	30	3	12	0	21	-28	3	3	1	193	-204	-4	7	1	41	-33	3	12	1	49	29
1	5	0	25	20	5	12	0	38	19	5	3	1	48	-45	-2	7	1	21	31	-2	13	1	32	19
2	5	0	168	174	0	14	0	44	30	6	3	1	34	30	-1	7	1	68	59	-1	13	1	25	25
3	5	0	113	100	1	14	0	33	7	9	3	1	25	-14	0	7	1	175	177	0	13	1	45	32
8	5	0	74	67	-8	1	1	44	51	-7	4	1	97	-83	1	7	1	156	176	1	13	1	42	29
9	5	0	54	-70	-7	1	1	98	82	-6	4	1	82	74	2	7	1	40	39	1	14	1	26	-20
0	6	0	64	38	-6	1	1	58	43	-5	4	1	118	-115	3	7	1	44	49	-9	0	2	23	6
7	6	0	76	69	-4	1	1	123	-129	-4	4	1	140	-125	4	7	1	26	26	-7	0	2	128	-134
9	6	0	32	27	-1	1	1	117	105	-3	4	1	247	-302	5	7	1	54	50	-6	0	2	337	341

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-5	0	2	94	-92	-1	3	2	34	27	4	6	2	62	-76	-1	11	2	23	-17	-3	3	3	18	-22
-4	0	2	157	-157	-2	3	2	550	549	5	6	2	23	-38	0	11	2	37	-47	-2	3	3	16	-15
-3	0	2	92	-97	-1	3	2	705	692	6	6	2	37	51	1	11	2	30	-30	-1	3	3	127	-162
-2	0	2	211	-217	0	3	2	235	248	7	6	2	29	34	6	11	2	30	-24	0	3	3	97	-113
-1	0	2	179	-192	1	3	2	274	-283	8	6	2	27	35	-5	12	2	27	-20	1	3	3	203	-221
0	0	2	104	99	2	3	2	432	-432	-6	7	2	44	32	0	12	2	64	-57	2	3	3	436	-451
1	0	2	125	-147	3	3	2	258	-263	-5	7	2	48	-44	1	12	2	32	-14	3	3	3	103	-110
2	0	2	172	188	4	3	2	65	-59	-4	7	2	44	91	0	13	2	29	-22	4	3	3	96	-103
3	0	2	149	171	5	3	2	91	-85	-3	7	2	42	46	4	13	2	36	-16	5	3	3	39	-56
4	0	2	19	-42	6	3	3	109	-110	-1	7	2	131	-142	-2	14	2	28	42	7	3	3	54	-56
5	0	2	34	-25	7	3	3	31	-27	0	7	2	51	43	-1	14	2	36	-36	8	3	3	54	-39
6	0	2	35	5	-7	4	2	65	65	2	7	2	20	19	-4	1	3	26	-19	-6	4	3	87	-83
7	0	2	113	-137	-6	4	3	22	17	3	7	2	66	73	-7	1	3	36	31	-5	4	3	105	94
9	0	2	93	46	-7	4	2	22	19	4	7	2	75	-62	-6	1	3	47	50	-4	4	3	93	93
-9	1	2	21	-9	-6	4	2	31	36	5	7	2	59	75	-5	1	3	73	76	-3	4	3	227	-210
-8	1	2	45	49	-5	4	2	70	60	7	7	2	46	36	-4	1	3	588	587	-2	4	3	408	-396
-7	1	2	90	89	-4	4	2	48	-42	-7	8	2	27	20	-3	1	3	99	77	-1	4	3	46	60
-6	1	2	29	23	-3	4	2	310	312	-6	8	2	28	-26	-2	1	3	200	-213	0	4	3	466	-458
-4	1	2	36	-41	-2	4	2	110	-123	-5	8	2	29	-25	-1	1	3	1251	-1247	1	4	3	67	67
-3	1	2	43	33	3	4	2	625	-623	-4	8	2	128	143	0	1	3	873	-876	2	4	3	186	187
-2	1	2	703	692	1	4	2	130	-151	-3	8	2	164	-159	1	1	3	357	369	4	4	3	47	40
-1	1	2	298	306	2	4	3	909	-914	-1	8	2	48	31	2	1	3	170	182	5	4	3	77	99
0	1	2	313	312	3	4	2	105	-93	0	8	2	38	41	3	1	3	36	-41	6	4	3	108	-93
1	1	2	103	125	4	4	3	103	-105	1	8	2	25	24	4	1	3	149	-158	7	4	3	59	76
2	1	2	247	-275	5	4	3	83	-99	2	8	2	58	47	5	1	3	186	-178	-8	5	3	24	12
3	1	2	241	-111	8	4	2	23	-10	3	8	2	190	-203	6	1	3	132	-147	-6	5	3	28	33
4	1	2	62	-69	-9	5	2	34	-16	4	8	2	27	37	7	1	3	64	40	-5	5	3	23	-32
5	1	2	95	-98	-5	5	3	162	-176	7	8	2	36	32	-9	2	3	31	34	-4	5	3	119	-107
6	1	2	99	-90	-4	5	2	118	-119	-6	9	2	29	35	-8	2	3	58	60	-3	5	3	136	-146
7	1	2	22	-17	-3	5	2	70	-46	-5	9	2	25	41	-7	2	3	89	86	-2	5	3	242	233
-8	2	2	34	-11	-2	5	3	114	120	-4	9	2	45	24	-6	2	3	93	109	-1	5	3	131	129
-7	2	2	62	63	-1	5	2	45	46	-3	9	2	51	39	-5	2	3	176	186	0	5	3	266	255
-6	2	2	118	96	1	5	2	151	-155	-1	9	2	38	-59	-4	2	3	96	94	1	5	3	189	187
-5	2	2	442	-430	2	5	2	216	-212	0	9	2	30	27	-3	2	3	117	-292	2	5	3	157	-150
-4	2	2	226	-232	3	5	2	37	40	1	9	2	26	-20	-2	2	3	127	143	3	5	3	102	-98
-3	2	2	314	316	4	5	3	28	28	2	9	2	39	35	-1	2	3	634	-595	4	5	3	76	85
-2	2	2	1119	1.14	5	5	3	48	42	4	9	2	31	-9	0	2	3	1249	1216	5	5	3	48	55
-1	2	2	17	12	8	5	2	65	-46	-4	10	2	72	-77	1	2	3	77	63	8	5	3	39	-11
0	2	2	89	-92	9	5	2	26	30	-2	10	2	119	-130	2	2	3	140	140	-8	6	3	43	-41
1	2	2	454	-454	8	5	2	26	25	-1	10	2	27	29	3	2	3	222	-241	-7	6	3	26	-8
4	2	2	65	73	-8	6	2	59	57	0	10	2	26	28	4	2	3	135	130	-4	6	3	43	43
6	2	2	108	-109	-6	6	2	38	36	1	10	2	38	-38	5	2	3	153	-166	-3	6	3	86	104
7	2	2	39	-43	-4	6	2	97	115	2	10	2	77	-75	6	2	3	178	195	-2	6	3	180	-183
9	2	2	32	-35	-3	6	2	173	200	3	10	2	40	-24	8	2	3	29	6	-1	6	3	18	-19
-7	3	2	109	91	-2	6	2	81	87	4	10	2	53	-54	-9	3	3	28	27	0	6	3	108	109
-6	3	2	29	26	0	6	2	36	27	6	10	2	24	21	-7	3	3	55	54	1	6	3	214	-211
-5	3	2	179	-171	1	6	2	26	-29	-8	11	2	31	9	-5	3	3	87	-89	2	6	3	85	-102
-4	3	2	174	-182	3	6	2	39	34	-7	11	2	22	11	-4	3	3	162	99	3	6	3	140	204

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
6	5	3	26	-11	3	11	3	56	-45	-7	2	4	117	121	0	5	4	429	-432	-5	9	4	24	35
8	5	3	31	-29	-4	12	3	24	-23	-6	2	4	218	-224	1	5	4	70	68	-4	9	4	85	-69
-7	7	3	25	16	-3	12	3	34	38	-5	2	4	80	74	2	5	4	349	352	-3	9	4	78	-79
-6	7	3	25	17	-2	12	3	22	-3	-4	2	4	145	137	3	5	4	57	59	-2	9	4	58	52
-4	7	3	67	-59	-1	12	3	67	-76	-3	2	4	994	-553	5	5	4	124	-121	-1	9	4	69	84
-3	7	3	104	-112	0	12	3	43	-34	-2	2	4	45	51	6	5	4	24	7	0	9	4	45	-34
-2	7	3	42	30	1	12	3	52	73	-1	2	4	655	633	8	5	4	48	23	1	9	4	37	38
-1	7	3	170	174	3	12	3	37	52	0	2	4	487	-476	-9	6	4	34	-20	2	9	4	76	-76
0	7	3	156	170	-2	13	3	65	-58	1	2	4	158	-144	-7	6	4	81	-76	3	9	4	124	-130
3	7	3	20	23	0	13	3	21	8	2	2	4	181	176	-6	6	4	70	66	4	9	4	35	21
4	7	3	39	-44	2	13	3	27	22	3	2	4	21	25	-5	6	4	57	-41	5	9	4	24	24
6	7	3	32	39	-10	0	4	40	-40	4	2	4	89	81	-4	6	4	20	-5	6	9	4	25	5
-5	8	3	32	31	-9	0	4	34	-26	5	2	4	53	51	-3	6	4	33	29	-7	10	4	34	-15
-4	8	3	49	50	-8	0	4	24	-29	6	2	4	65	-71	-2	6	4	95	93	-6	10	4	25	-15
-3	8	3	54	-47	-7	0	4	235	-252	7	2	4	28	-21	-1	6	4	270	-250	-4	10	4	121	-108
-2	8	3	124	126	-6	0	4	231	220	-7	3	4	35	32	0	6	4	389	385	-3	10	4	146	122
-1	8	3	30	41	-5	0	4	63	72	-6	3	4	61	61	1	6	4	69	-46	-1	10	4	91	-90
0	8	3	167	182	-4	0	4	181	-181	-5	3	4	91	85	2	6	4	22	45	0	10	4	27	-20
1	8	3	88	-87	-3	0	4	436	-437	-4	3	4	171	-150	3	6	4	21	-8	1	10	4	52	62
2	8	3	62	51	-2	0	4	255	271	-3	3	4	88	91	4	6	4	81	-86	2	10	4	126	-130
3	8	3	192	-194	-1	0	4	1023	-1010	-2	3	4	396	393	5	6	4	32	-20	3	10	4	51	53
4	8	3	67	69	0	0	4	1924	1893	-1	3	4	103	119	6	6	4	57	47	-5	11	4	27	-18
5	8	3	35	-33	1	0	4	77	101	1	3	4	428	428	8	6	4	30	41	-1	11	4	37	35
-7	9	3	34	31	2	0	4	30	-32	2	3	4	440	460	-7	7	4	29	32	0	11	4	40	59
-6	9	3	50	-42	3	0	4	517	512	3	3	4	217	235	-5	7	4	22	-17	1	11	4	43	-49
-3	9	3	99	-83	4	0	4	301	324	5	3	4	127	-110	-4	7	4	34	-14	4	11	4	42	46
-2	9	3	71	67	5	0	4	21	-23	6	3	4	49	-59	-3	7	4	23	-19	-5	12	4	31	-3
-1	9	3	102	88	6	0	4	166	143	-9	4	4	80	70	-2	7	4	197	-187	-4	12	4	35	52
0	9	3	115	-130	8	0	4	56	-43	-7	4	4	57	69	-1	7	4	25	50	0	12	4	43	-44
1	9	3	135	-134	9	0	4	35	36	-6	4	4	88	-92	0	7	4	142	-140	2	12	4	41	44
2	9	3	115	-122	-8	1	4	27	18	-4	4	4	269	-264	1	7	4	39	-38	-3	13	4	23	8
3	9	3	84	-69	-7	1	4	130	129	-3	4	4	332	332	2	7	4	95	92	-2	13	4	37	18
5	9	3	27	-31	-6	1	4	75	73	-2	4	4	31	47	4	7	4	75	-94	-1	13	4	22	19
6	9	3	36	-21	-5	1	4	59	53	-1	4	4	41	-35	6	7	4	47	52	2	13	4	32	-10
-6	10	3	29	-24	-4	1	4	56	-64	0	4	4	113	-127	-8	8	4	42	-22	1	14	4	25	20
-5	10	3	56	-49	-3	1	4	300	246	1	4	4	239	-224	-6	8	4	68	-57	-5	1	5	28	-25
-4	10	3	40	30	-2	1	4	274	288	2	4	4	322	-304	-5	8	4	33	-21	-3	1	5	41	-43
-2	10	3	93	-86	-1	1	4	549	538	3	4	4	91	53	-4	8	4	78	91	-7	1	5	133	-139
-1	10	3	42	39	0	1	4	475	460	4	4	4	98	-108	-3	8	4	174	-169	-6	1	5	113	-110
1	10	3	43	-28	1	1	4	265	250	5	4	4	137	-141	-2	8	4	40	40	-5	1	5	86	73
2	10	3	51	50	2	1	4	87	70	7	4	4	21	-5	-1	8	4	83	81	-4	1	5	44	-60
3	10	3	53	-45	3	1	4	328	332	8	4	4	31	1	0	8	4	86	-81	-3	1	5	379	389
4	10	3	33	-45	4	1	4	25	-20	-7	5	4	67	-81	1	8	4	116	119	-2	1	5	166	168
5	10	3	21	19	5	1	4	76	-76	-6	5	4	61	-74	2	8	4	47	64	-1	1	5	55	-56
-2	11	3	30	40	7	1	4	23	-21	-4	5	4	45	-42	3	8	4	102	-97	0	1	5	142	-127
0	11	3	142	-119	9	1	4	29	14	-3	5	4	60	-63	5	8	4	55	75	1	1	5	202	217
1	11	3	60	-58	-9	2	4	40	-34	-2	5	4	136	-151	7	8	4	28	33	2	1	5	43	49
2	11	3	52	-55	-8	2	4	31	-30	-1	5	4	336	-319	-7	9	4	30	15	3	1	5	130	139

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
4	1	5	21	14	-5	5	5	41	-39	5	9	5	22	-20	6	1	6	32	-37	-6	5	6	123	-112
5	1	5	113	108	-4	5	5	108	-104	-5	10	5	50	-56	-10	2	6	53	41	-5	5	6	107	-89
6	1	5	101	91	-4	5	5	266	-280	-4	10	5	47	35	-9	2	6	31	-24	-4	5	6	20	-8
9	1	5	23	25	-3	5	5	161	-155	0	10	5	43	39	-7	2	6	86	92	-3	5	6	67	65
-8	2	5	30	26	-2	5	5	443	-437	1	10	5	37	-26	-6	2	6	32	-29	-2	5	6	50	-41
-7	2	5	22	28	-1	5	5	31	-31	3	10	5	20	-30	-5	2	6	112	-117	-1	5	6	196	-203
-6	2	5	144	139	0	5	5	20	11	4	10	5	23	-19	-4	2	6	18	10	0	5	6	148	-149
-5	2	5	134	134	1	5	5	116	-104	-6	11	5	25	3	-3	2	6	113	-94	1	5	6	108	-137
-4	2	5	326	319	3	5	5	36	32	-5	11	5	24	25	-2	2	6	43	61	2	5	6	87	-108
-3	2	5	67	79	4	5	5	40	36	-4	11	5	21	-16	-1	2	6	150	153	3	5	6	47	25
-2	2	5	104	-105	5	5	5	56	63	0	11	5	44	62	0	2	6	360	-347	5	5	6	26	1
-1	2	5	703	-706	8	5	5	31	18	2	11	5	32	-33	1	2	6	159	-161	6	5	6	33	-33
0	2	5	944	936	-8	6	5	32	-27	0	12	5	42	-40	2	2	6	44	45	7	5	6	20	9
1	2	5	76	84	-6	6	5	94	-94	2	12	5	76	-64	3	2	6	71	-78	-7	6	6	75	-82
2	2	5	30	51	-2	6	5	108	-103	1	12	5	48	50	4	2	6	103	102	-6	6	6	41	31
4	2	5	46	-35	-1	6	5	111	120	4	12	5	34	-27	5	2	6	116	130	-4	6	6	85	88
5	2	5	85	-87	1	6	5	122	116	-3	13	5	37	-48	6	2	6	40	-31	-3	6	6	79	82
6	2	5	101	113	2	6	5	217	-222	-1	13	5	25	21	8	2	6	42	31	-2	6	6	147	-154
-7	3	5	97	-45	3	6	5	168	166	0	13	5	25	23	-8	3	6	39	-42	-1	6	6	21	-33
-6	3	5	89	-101	5	6	5	67	61	-1	14	5	26	-13	-7	3	6	46	-33	1	6	6	29	19
-5	3	5	34	-39	-5	7	5	56	-54	0	14	5	35	-23	-6	3	6	40	-37	2	6	6	141	140
-4	3	5	137	-133	-4	7	5	132	-136	-10	0	6	36	-28	-5	3	6	79	-74	3	6	6	88	101
-3	3	5	170	-154	-3	7	5	73	-72	-9	0	6	25	-14	-4	3	6	125	133	4	6	6	115	-107
-2	3	5	167	-163	-2	7	5	100	-91	-7	0	6	267	-250	-3	3	6	137	152	6	6	6	37	-44
-1	3	5	302	-277	-1	7	5	32	-40	-6	0	6	129	146	-2	3	6	137	-130	-8	7	6	44	35
0	3	5	119	-101	1	7	5	27	32	-5	0	6	231	-258	-1	3	6	192	-194	-7	7	6	25	20
1	3	5	173	-245	2	7	5	72	84	-4	0	6	336	-337	0	3	6	178	193	-4	7	6	131	129
2	3	5	48	51	3	7	5	154	179	-3	0	6	385	395	1	3	6	107	-122	-3	7	6	38	54
3	3	5	162	-171	6	7	5	34	-36	-2	0	6	99	-99	2	3	6	120	109	-2	7	6	68	78
4	3	5	32	-40	-8	8	5	31	32	-1	0	6	539	-527	3	3	6	142	128	-1	7	6	126	-125
5	3	5	32	31	-7	8	5	35	9	0	0	6	123	130	4	3	6	25	-17	0	7	6	31	27
6	3	5	94	107	-3	8	5	52	-36	1	0	6	147	-146	6	3	6	64	-66	1	7	6	52	62
7	3	5	27	-39	-2	8	5	198	216	2	0	6	248	-231	8	3	6	29	-17	2	7	6	53	66
-8	4	5	33	-42	-1	8	5	98	108	3	0	6	587	619	-9	4	6	46	32	3	7	6	36	20
-7	4	5	47	-35	0	8	5	45	49	4	0	6	143	143	-7	4	6	48	50	4	7	6	36	-43
-6	4	5	61	66	1	8	5	108	121	5	0	6	197	206	-6	4	6	54	47	7	7	6	29	33
-5	4	5	44	40	2	8	5	20	8	-9	1	6	39	-34	-5	4	6	47	45	-6	8	6	21	-24
-4	4	5	29	34	3	8	5	40	-54	-8	1	6	41	28	-4	4	6	71	-59	-5	8	6	35	37
-3	4	5	176	-187	4	8	5	70	59	-5	1	6	36	45	-3	4	6	91	91	-4	8	6	105	96
-2	4	5	301	-300	5	8	5	28	-32	-4	1	6	210	217	-2	4	6	27	-25	-3	8	6	124	-114
-1	4	5	261	-270	6	8	5	42	-35	-2	1	6	71	77	-1	4	6	30	-9	-2	8	6	72	-66
0	4	5	309	-304	-5	9	5	39	-30	-1	1	6	78	-98	0	4	6	139	-119	0	8	6	60	56
1	4	5	151	156	-2	9	5	62	79	0	1	6	268	267	1	4	6	81	-85	1	8	6	93	88
2	4	5	117	-117	-1	9	5	73	-74	1	1	6	91	110	3	4	6	114	-120	2	8	6	98	94
3	4	5	169	-145	0	9	5	23	25	2	1	6	294	319	4	4	6	47	-43	3	8	6	80	-84
5	4	5	131	142	2	9	5	35	38	3	1	6	82	80	5	4	6	66	-80	4	8	6	25	18
6	4	5	34	-47	3	9	5	49	32	4	1	6	20	-17	8	4	6	25	4	6	8	6	26	-7
-8	5	5	34	-21	5	9	5	52	-35	5	1	6	29	-27	-7	5	6	50	-53	7	8	6	42	24

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-7	9	6	34	28	-6	2	7	191	178	-2	5	7	21	15	4	9	7	29	-30	1	1	8	254	265
-6	9	6	33	34	-5	2	7	171	183	0	5	7	122	-112	6	9	7	27	-32	3	1	8	149	152
-5	9	6	65	47	-4	2	7	280	273	1	5	7	124	103	-6	10	7	25	3	4	1	8	69	55
-4	9	6	26	12	-3	2	7	55	-66	2	5	7	133	136	-5	10	7	28	-38	5	1	8	54	61
-2	9	6	72	74	-2	2	7	299	276	3	5	7	77	-75	-4	10	7	36	39	-10	2	8	36	33
-1	9	6	22	-25	-1	2	7	343	-353	4	5	7	128	135	-2	10	7	95	-92	-8	2	8	20	-4
0	9	6	84	77	0	2	7	494	503	5	5	7	73	80	0	10	7	40	34	-7	2	8	171	175
2	9	6	21	-13	1	2	7	317	-296	7	5	7	28	16	1	10	7	24	8	-6	2	8	94	-53
4	9	6	23	-17	2	2	7	26	-17	-7	6	7	33	-30	2	10	7	89	80	-5	2	8	55	-51
-7	10	6	25	-18	3	2	7	170	-184	-6	6	7	23	-2	3	10	7	23	-6	-4	2	8	163	157
-6	10	6	21	14	4	2	7	41	28	-5	6	7	69	70	4	10	7	93	-58	-2	2	8	104	111
-5	10	6	47	43	5	2	7	94	-98	-4	6	7	244	-241	5	10	7	30	-22	-1	2	8	331	376
-4	10	6	84	-90	6	2	7	79	96	-3	6	7	155	161	-3	11	7	28	22	0	2	8	163	-162
-2	10	6	59	-55	7	2	7	32	-17	-2	6	7	38	34	-2	11	7	64	52	1	2	8	73	-59
0	10	6	133	144	8	2	7	27	-11	1	6	7	101	-96	-1	11	7	62	64	2	2	8	141	204
2	10	6	43	-32	-9	3	7	30	30	2	6	7	143	-144	0	11	7	32	-24	3	2	8	44	-41
3	10	6	32	-38	-8	3	7	26	28	3	6	7	204	214	3	11	7	38	-47	4	2	8	43	-35
-5	11	6	35	-32	-7	3	7	132	118	4	6	7	112	99	-4	12	7	36	-30	5	2	8	37	-40
-4	11	6	58	-81	-6	3	7	84	81	6	6	7	40	31	-3	12	7	57	65	6	2	8	35	24
-2	11	6	40	49	-5	3	7	52	61	-6	7	7	38	32	-1	12	7	44	-42	-5	3	8	70	-85
-1	11	6	36	55	-4	3	7	72	77	-5	7	7	35	21	0	12	7	41	-54	-4	3	8	34	-34
1	11	6	86	-91	-3	3	7	58	51	-4	7	7	159	133	1	12	7	35	28	-3	3	8	24	-12
2	11	6	43	-54	-2	3	7	26	38	-3	7	7	109	116	2	12	7	29	-38	-2	3	8	152	142
3	11	6	43	19	-1	3	7	316	328	-2	7	7	32	-39	-3	13	7	33	27	-1	3	8	285	282
-4	12	6	25	-32	0	3	7	343	345	-1	7	7	107	-109	1	13	7	26	-12	0	3	8	61	-69
-1	12	6	39	33	1	3	7	63	62	0	7	7	61	-67	-10	0	8	31	-35	1	3	8	197	210
1	12	6	49	-45	2	3	7	200	-200	1	7	7	63	50	-9	0	8	26	20	2	3	8	135	123
4	12	6	26	-1	3	3	7	69	-73	2	7	7	173	165	-8	0	8	38	47	4	3	8	51	34
-3	13	6	23	-2	4	3	7	21	-14	3	7	7	140	142	-7	0	8	170	-170	5	3	8	68	73
0	14	6	24	-25	7	3	7	26	8	4	7	7	61	58	-6	0	8	51	39	7	3	8	24	-12
-10	1	7	37	-15	8	3	7	46	-41	-8	8	7	30	23	-5	0	8	48	-31	-9	4	8	43	32
-7	1	7	79	-98	-8	4	7	66	-57	-7	8	7	22	-7	-4	0	8	377	-362	-8	4	8	23	25
-6	1	7	53	-64	-6	4	7	97	-89	-5	8	7	75	67	-3	0	8	65	67	-7	4	8	73	73
-5	1	7	119	-115	-4	4	7	116	118	-4	8	7	41	49	-2	0	8	87	93	-5	4	8	125	141
-4	1	7	190	217	-3	4	7	28	-17	-3	8	7	154	-148	-1	0	8	45	-42	-3	4	8	209	218
-3	1	7	104	110	-2	4	7	127	-125	-2	8	7	69	64	0	0	8	114	-107	-2	4	8	432	474
-2	1	7	149	166	-1	4	7	503	487	0	8	7	163	178	2	0	8	82	-78	-1	4	8	162	160
-1	1	7	321	348	0	4	7	549	-536	1	8	7	56	69	3	0	8	92	87	0	4	8	75	80
0	1	7	555	560	1	4	7	467	-477	2	8	7	208	213	4	0	8	50	46	1	4	8	163	151
1	1	7	94	98	3	4	7	98	-113	4	8	7	76	68	7	0	8	49	33	2	4	8	48	54
2	1	7	97	104	5	4	7	113	107	-8	9	7	40	29	-8	1	8	23	-27	3	4	8	52	-62
3	1	7	93	-97	6	4	7	89	-77	-3	9	7	95	98	-7	1	8	46	32	4	4	8	73	86
4	1	7	49	-36	7	4	7	25	8	-2	9	7	73	69	-6	1	8	34	37	5	4	8	124	-127
5	1	7	39	-33	-7	5	7	39	27	-1	9	7	48	57	-4	1	8	62	-80	-8	5	8	27	31
6	1	7	73	-59	-6	5	7	73	66	0	9	7	58	-61	-3	1	8	194	184	-7	5	8	29	-28
7	1	7	32	21	-5	5	7	124	119	1	9	7	32	26	-2	1	8	131	124	-6	5	8	38	-31
-9	2	7	37	-33	-4	5	7	141	134	2	9	7	34	24	-1	1	8	247	104	-5	5	8	98	-106
-7	2	7	90	-95	-3	5	7	118	-124	3	9	7	43	27	0	1	8	107	100	-3	5	8	20	11

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-2	5	9	39	-50	-1	10	8	74	-76	1	3	9	49	49	-1	7	9	48	-45	-10	0	10	24	-33
-1	5	9	161	-157	0	10	8	41	46	2	3	9	104	-96	0	7	9	144	-142	-8	0	10	41	43
0	5	9	157	-151	1	10	8	24	38	3	3	9	98	-88	1	7	9	109	-110	-7	0	10	73	-79
1	5	9	19	21	2	10	8	38	-34	4	3	9	77	-73	2	7	9	50	-72	-6	0	10	42	46
2	5	9	39	49	4	10	8	26	11	5	3	9	61	-56	3	7	9	131	119	-5	0	10	86	84
3	5	9	132	-134	5	10	8	33	-27	6	3	9	42	45	4	7	9	36	25	-4	0	10	87	-76
6	5	9	35	45	-5	11	8	30	-40	7	3	9	47	-27	5	7	9	30	10	-3	0	10	39	40
-9	6	9	43	-27	-2	11	8	28	-10	-4	4	9	27	11	-5	8	9	49	-40	-2	0	10	445	-453
-7	6	9	64	-79	1	11	8	29	-33	-7	4	9	106	93	-4	8	9	50	37	-1	0	10	571	-550
-5	6	9	59	52	2	11	8	30	9	-6	4	9	96	-103	-3	8	9	95	-112	0	0	10	292	-279
-4	6	9	55	73	-4	12	8	54	56	-5	4	9	125	-118	-2	8	9	41	31	1	0	10	85	74
-3	6	9	45	46	-3	12	8	22	6	-4	4	9	65	69	-1	8	9	30	-43	2	0	10	234	-237
-2	6	9	91	97	-2	12	8	33	-36	-3	4	9	34	-44	1	8	9	34	-39	3	0	10	131	139
0	6	9	142	130	1	12	8	29	-14	-2	4	9	183	182	2	8	9	51	57	4	0	10	63	-69
1	6	9	122	118	-1	13	8	30	38	-1	4	9	440	417	3	8	9	36	36	5	0	10	85	72
3	6	9	94	78	0	13	8	37	-17	0	4	9	213	-217	4	8	9	38	44	6	0	10	23	-47
4	6	9	59	47	-6	1	9	48	-57	1	4	9	96	-86	5	8	9	29	33	7	0	10	57	52
5	6	9	27	37	-5	1	9	65	-68	2	4	9	117	-118	6	8	9	46	-36	-9	1	10	27	-18
7	6	9	23	-15	-4	1	9	128	-141	3	4	9	180	-187	-5	9	9	40	-42	-7	1	10	44	-35
-8	7	9	34	46	-3	1	9	38	-38	5	4	9	77	77	-4	9	9	61	65	-4	1	10	70	78
-5	7	9	23	24	-2	1	9	46	-65	6	4	9	51	-59	-2	9	9	44	52	-3	1	10	79	-65
-4	7	9	25	-20	-1	1	9	145	140	7	4	9	32	25	-1	9	9	38	-33	-2	1	10	28	9
-3	7	9	129	129	0	1	9	88	-82	-7	5	9	25	-13	2	9	9	77	84	-1	1	10	65	-61
-2	7	9	131	-133	1	1	9	263	268	-6	5	9	22	14	3	9	9	35	41	0	1	10	140	133
-1	7	9	84	-91	2	1	9	41	-53	-5	5	9	68	80	5	9	9	41	-33	1	1	10	87	79
1	7	9	83	88	7	1	9	38	-40	-4	5	9	76	-72	-7	10	9	27	-12	2	1	10	144	138
2	7	9	30	-24	-8	2	9	76	65	-3	5	9	37	-30	-6	10	9	45	34	3	1	10	104	101
4	7	9	64	-56	-7	2	9	67	-85	-2	5	9	36	-32	-4	10	9	73	64	4	1	10	34	51
5	7	9	22	1	-5	2	9	43	55	-1	5	9	156	-159	-3	10	9	72	-63	-7	2	10	117	114
6	7	9	41	21	-5	2	9	44	-36	0	5	9	113	-121	-2	10	9	61	-69	-6	2	10	44	44
-8	8	9	46	-43	-4	2	9	214	215	1	5	9	87	-96	-1	10	9	44	-49	-5	2	10	94	91
-6	8	9	132	126	-3	2	9	288	289	2	5	9	202	-219	0	10	9	31	24	-4	2	10	214	197
-3	8	9	91	-105	-2	2	9	591	600	3	5	9	41	-53	1	10	9	37	31	-3	2	10	198	-193
-2	8	9	111	-106	-1	2	9	83	-77	-8	6	9	29	21	2	10	9	42	55	-2	2	10	200	-203
-1	8	9	103	111	0	2	9	289	285	-5	6	9	86	-97	3	10	9	31	-32	-1	2	10	283	-286
1	8	9	87	96	1	2	9	121	104	-4	6	9	232	-239	5	10	9	27	-11	0	2	10	92	-90
3	8	9	90	86	2	2	9	94	-103	-3	6	9	69	58	-9	11	9	26	11	2	2	10	37	29
4	8	9	33	15	3	2	9	92	86	-1	6	9	34	33	-3	11	9	34	-35	3	2	10	57	-53
5	8	9	66	67	4	2	9	28	38	0	6	9	27	13	0	11	9	23	34	4	2	10	70	-73
6	8	9	23	-38	5	2	9	80	-76	1	6	9	108	-108	1	11	9	33	30	-6	3	10	46	-44
-1	9	9	36	32	-8	3	9	40	24	2	6	9	306	-306	3	11	9	38	-24	-5	3	10	20	26
0	9	9	28	-42	-7	3	9	40	57	3	6	9	116	126	4	11	9	27	-14	-4	3	10	36	-21
1	9	9	47	48	-6	3	9	81	97	4	6	9	32	21	-5	12	9	54	54	-3	3	10	166	-137
2	9	9	34	31	-5	3	9	86	80	-8	7	9	62	-79	-3	12	9	29	-30	-2	3	10	63	-45
4	9	9	31	-28	-4	3	9	76	73	-7	7	9	38	-33	1	12	9	72	66	-1	3	10	121	-128
-6	10	9	34	16	-3	3	9	120	-129	-6	7	9	42	-18	2	12	9	45	-41	0	3	10	149	145
-5	10	9	51	15	-1	3	9	99	-126	-5	7	9	41	34	-3	13	9	38	-21	1	3	10	98	81
-4	10	9	31	-17	0	3	9	155	131	-4	7	9	22	30	0	13	9	37	25	2	3	10	22	5

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
3	3	10	74	76	3	7	10	39	40	7	1	11	25	4	-5	6	11	87	73	-9	0	12	28	-9
4	3	10	30	29	3	7	10	41	-29	-9	2	11	55	-41	-4	6	11	268	-270	-8	0	12	43	-36
6	3	10	27	22	4	7	10	42	-24	-7	2	11	168	-158	-3	6	11	40	30	-7	0	12	131	-136
7	3	10	34	13	6	7	10	23	17	-6	2	11	65	74	-2	6	11	71	79	-6	0	12	104	-105
-8	4	10	46	38	-5	8	10	40	-51	-5	2	11	85	101	-1	6	11	45	-42	-5	0	12	66	69
-6	4	10	31	37	-4	8	10	49	-36	-2	2	11	134	132	0	6	11	54	-47	-4	0	12	219	-244
-4	4	10	35	-31	-3	8	10	59	-65	-1	2	11	294	-312	2	6	11	55	-56	-3	0	12	116	106
-3	4	10	31	-28	-2	8	10	52	49	0	2	11	216	209	4	6	11	36	34	-2	0	12	125	-130
-2	4	10	116	102	-1	8	10	73	68	1	2	11	200	204	5	6	11	58	-62	-1	0	12	68	83
-1	4	10	246	-250	0	8	10	85	-78	2	2	11	48	57	6	6	11	49	48	0	0	12	250	-278
0	4	10	114	110	1	8	10	68	-61	3	2	11	53	66	-7	7	11	53	-55	1	0	12	24	23
1	4	10	95	-104	2	8	10	66	-52	4	2	11	67	-65	-6	7	11	46	-43	2	0	12	127	-144
3	4	10	79	-81	3	8	10	26	-32	5	2	11	97	-103	-5	7	11	75	-61	3	0	12	79	-95
4	4	10	80	-73	4	8	10	32	25	-7	3	11	65	68	-4	7	11	26	16	4	0	12	26	-24
5	4	10	108	-90	5	8	10	40	44	-6	3	11	131	125	-3	7	11	166	165	5	0	12	88	80
-9	5	10	35	35	-5	9	10	51	37	-5	3	11	127	132	-1	7	11	117	-117	6	0	12	24	34
-8	5	10	33	33	-4	9	10	69	53	-4	3	11	57	-52	0	7	11	47	-35	-6	1	12	92	94
-7	5	10	35	28	-3	9	10	51	54	-2	3	11	87	-97	1	7	11	75	-69	-4	1	12	137	-147
-6	5	10	66	-64	-2	9	10	66	58	-1	3	11	86	88	2	7	11	36	-10	-3	1	12	18	-18
-5	5	10	39	31	-1	9	10	41	-35	0	3	11	191	185	3	7	11	47	-25	-2	1	12	91	-110
-4	5	10	37	-33	3	9	10	33	17	1	3	11	26	-40	6	7	11	26	30	-1	1	12	22	22
-3	5	10	101	-104	-7	10	10	28	9	2	3	11	75	-72	-8	8	11	24	0	0	1	12	28	-22
-2	5	10	79	-72	-6	10	10	56	54	3	3	11	22	21	-4	8	11	50	62	1	1	12	32	43
-1	5	10	23	-24	-5	10	10	70	70	4	3	11	58	-65	-3	8	11	41	-45	2	1	12	74	-62
1	5	10	71	-69	-4	10	10	31	-15	5	3	11	25	-26	-2	8	11	36	27	3	1	12	66	73
2	5	10	107	-113	-3	10	10	55	-59	6	3	11	25	-18	-1	8	11	41	60	4	1	12	47	37
3	5	10	109	-100	-1	10	10	27	-15	-8	4	11	41	-44	0	8	11	30	-30	5	1	12	68	67
4	5	10	43	-25	0	10	10	43	64	-7	4	11	81	105	1	8	11	30	-35	6	1	12	28	-28
6	5	10	34	25	1	10	10	22	-22	-5	4	11	49	-53	2	8	11	86	85	-9	2	12	29	-14
-9	6	10	24	12	2	10	10	37	-8	-4	4	11	22	-13	3	8	11	27	19	-8	2	12	59	-57
-7	6	10	80	-68	3	10	10	68	-45	-3	4	11	140	-156	4	8	11	45	46	-5	2	12	47	-52
-6	6	10	67	-76	-4	11	10	49	-60	-1	4	11	208	206	5	8	11	52	51	-4	2	12	85	83
-5	6	10	154	-150	-3	11	10	43	45	0	4	11	135	-130	-8	9	11	36	-24	-3	2	12	132	126
-4	6	10	142	-140	1	11	10	31	-32	1	4	11	43	-50	-4	9	11	27	15	-1	2	12	37	32
-3	6	10	113	112	2	11	10	33	-35	2	4	11	154	160	-3	9	11	94	105	0	2	12	36	-43
-2	6	10	29	20	-2	13	10	24	9	3	4	11	73	-78	-2	9	11	41	52	2	2	12	104	103
0	6	10	93	-95	-7	1	11	24	-34	4	4	11	141	-132	0	9	11	79	-79	4	2	12	32	29
1	6	10	193	-206	-6	1	11	30	-38	6	4	11	30	-36	1	9	11	36	50	6	2	12	37	46
2	6	10	135	-143	-4	1	11	131	-114	-6	5	11	28	5	3	9	11	33	41	-4	3	12	31	-31
3	6	10	77	69	-3	1	11	208	-213	-4	5	11	52	56	-6	10	11	23	26	-7	3	12	48	45
4	6	10	44	-44	-2	1	11	49	-38	-3	5	11	26	-40	-4	10	11	27	23	-6	3	12	123	107
5	6	10	34	-15	-1	1	11	64	75	-2	5	11	94	-111	-3	10	11	53	44	-4	3	12	104	-105
-6	7	10	27	-39	0	1	11	124	115	0	5	11	22	-12	-1	10	11	23	-1	-3	3	12	143	-165
-5	7	10	30	19	1	1	11	110	-125	1	5	11	156	-144	-3	11	11	25	9	-2	3	12	213	-237
-4	7	10	169	149	2	1	11	135	130	3	5	11	176	-177	1	11	11	26	11	0	3	12	92	85
-3	7	10	71	75	3	1	11	64	44	4	5	11	41	-71	-4	12	11	41	-41	2	3	12	57	-51
-1	7	10	41	-45	4	1	11	80	79	6	5	11	25	-17	-3	12	11	39	23	3	3	12	34	32
1	7	10	95	-100	6	1	11	23	-23	-8	6	11	22	9	2	12	11	52	-31	5	3	12	53	41

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-8	5	12	26	26	-1	8	12	77	83	-3	2	13	180	191	0	6	13	45	44	-4	1	14	28	38
-5	5	12	62	-64	0	8	12	31	25	-2	2	13	154	151	2	6	13	129	-129	-3	1	14	44	42
-4	5	12	61	55	1	8	12	38	45	-1	2	13	115	-101	3	6	13	28	21	-2	1	14	44	48
-2	5	12	142	140	2	8	12	69	-63	0	2	13	57	70	5	6	13	72	-63	-1	1	14	24	37
-1	5	12	31	19	3	8	12	26	24	1	2	13	85	94	-5	7	13	36	-45	0	1	14	75	-81
0	5	12	36	40	5	8	12	35	21	2	2	13	42	29	-4	7	13	79	-69	1	1	14	126	-120
1	5	12	77	92	-7	9	12	36	-28	3	2	13	149	138	-3	7	13	91	-82	2	1	14	53	34
2	5	12	255	196	-6	9	12	50	-54	4	2	13	38	16	-2	7	13	52	-48	3	1	14	32	16
4	5	12	84	80	-5	9	12	47	-32	6	2	13	28	-9	-1	7	13	78	71	4	1	14	54	59
5	5	13	31	-41	-4	9	12	53	54	-7	3	13	21	-6	0	7	13	64	63	5	1	14	30	47
-8	6	12	23	20	-3	9	12	58	52	-6	3	13	69	74	1	7	13	23	34	-5	2	14	63	64
-7	6	12	24	36	-2	9	12	12	19	-4	3	13	142	151	2	7	13	37	-36	-4	2	14	195	200
-6	6	12	87	87	-1	9	12	43	52	-3	3	13	40	34	-6	8	13	26	-21	-2	2	14	29	24
-3	6	12	143	-146	0	9	12	33	-33	-2	3	13	34	39	-5	8	13	82	-71	-1	2	14	67	-65
-2	6	12	135	-134	3	9	12	54	40	-1	3	13	37	-43	-4	8	13	27	16	0	2	14	105	120
-1	6	12	61	-59	-4	10	12	33	27	0	3	13	34	30	-3	8	13	48	-45	-8	3	14	33	-19
0	6	12	144	134	-3	10	12	52	-42	1	3	13	79	88	-2	8	13	42	50	-6	3	14	23	20
1	6	12	113	105	-1	10	12	46	-33	2	3	13	41	22	0	8	13	47	-38	-5	3	14	57	60
3	6	12	127	-122	0	10	12	25	23	3	3	13	94	95	1	8	13	73	-60	-4	3	14	63	71
4	6	12	21	-22	2	10	12	22	12	4	3	13	45	43	2	8	13	22	-17	-3	3	14	24	34
-7	7	12	36	-17	-5	11	12	49	-46	-8	4	13	31	-45	-5	9	13	33	-33	-2	3	14	78	81
-6	7	12	33	-40	-3	11	12	40	25	-7	4	13	105	102	-1	9	13	25	-18	-1	3	14	43	44
-5	7	12	101	-97	-2	11	12	29	19	-6	4	13	33	-37	0	9	13	28	21	0	3	14	141	-133
-4	7	12	110	-116	-1	11	12	38	-37	-5	4	13	89	-80	1	9	13	24	18	1	3	14	133	-141
-3	7	12	25	-24	0	11	12	36	-18	-4	4	13	173	171	2	9	13	43	41	3	3	14	94	96
-2	7	12	121	-133	1	11	12	37	-37	-3	4	13	21	-19	3	9	13	26	18	4	3	14	85	72
-1	7	12	151	145	-4	12	12	24	22	-2	4	13	111	-107	-4	10	13	57	57	5	3	14	23	29
0	7	12	24	30	-3	12	12	27	10	-1	4	13	185	191	-2	10	13	36	-27	-8	4	14	42	43
1	7	12	46	45	-2	12	12	33	-29	0	4	13	22	-19	3	10	13	31	-13	-5	4	14	46	36
2	7	12	39	40	1	12	12	26	-29	1	4	13	64	-54	0	11	13	30	-17	-4	4	14	129	134
4	7	12	21	-3	-9	1	13	25	-6	2	4	13	173	166	1	11	13	25	19	-3	4	14	60	-57
5	7	12	45	32	-7	1	13	33	-53	3	4	13	38	-32	-2	12	13	28	-17	-2	4	14	115	121
6	7	12	35	-2	-6	1	13	127	-127	4	4	13	64	-56	-9	0	14	35	26	-1	4	14	141	-149
-8	8	12	27	-19	-5	1	13	101	-102	6	4	13	65	-41	-7	0	14	46	-30	1	4	14	65	58
-7	8	12	34	-12	-4	1	13	110	-123	-6	5	13	29	38	-6	0	14	62	-63	2	4	14	81	83
-5	8	12	27	25	-3	1	13	49	50	-5	5	13	74	78	-5	0	14	92	79	3	4	14	32	45
-3	8	12	49	49	-2	1	13	56	34	-4	5	13	41	38	-3	0	14	56	57	4	4	14	41	35
-2	8	12	43	-34	-1	1	13	26	-50	-3	5	13	157	-159	-2	0	14	100	-110	5	4	14	28	-21
-1	8	12	44	58	0	1	13	226	-237	-2	5	13	24	-23	-1	0	14	53	62	-8	5	14	23	-11
0	8	12	51	51	1	1	13	43	-42	-1	5	13	106	101	0	0	14	57	66	-7	5	14	26	31
1	8	12	143	144	2	1	13	34	-47	1	5	13	129	134	1	0	14	32	-39	-6	5	14	44	40
2	8	12	41	-41	4	1	13	109	110	2	5	13	84	-75	2	0	14	166	-183	-5	5	14	113	111
5	8	12	24	25	6	1	13	91	99	3	5	13	32	20	3	0	14	38	-32	-4	5	14	30	38
-7	9	12	33	30	5	1	13	26	32	-8	6	13	49	38	4	0	14	86	-87	-3	5	14	52	-43
-6	9	12	23	9	-8	2	13	34	30	-4	6	13	177	-174	5	0	14	40	46	-2	5	14	18	3
-4	9	12	31	-33	-7	2	13	139	-144	-3	6	13	28	-18	-8	1	14	23	-14	0	5	14	64	-45
-3	9	12	49	-13	-5	2	13	34	-37	-2	6	13	45	57	-7	1	14	29	-40	1	5	14	50	-44
-2	9	12	73	-69	-4	2	13	70	64	-1	6	13	97	-88	-5	1	14	30	-24	-8	6	14	29	16

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR PCPNTH

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-7	6	14	52	46	1	2	15	234	225	0	7	15	38	54	2	2	16	70	-47	-4	10	16	55	52
-5	6	14	43	-35	3	2	15	34	35	-7	8	15	32	27	3	2	16	44	-53	-2	10	16	27	31
-4	6	14	130	-124	5	2	15	23	19	-4	8	15	30	-25	4	2	16	28	21	-1	10	16	34	20
0	6	14	59	-65	-7	3	15	24	14	-2	8	15	36	-41	-5	3	16	49	-45	1	10	16	35	-24
3	6	14	73	64	-6	3	15	75	79	-1	8	15	34	46	-4	3	16	28	-34	-2	11	16	29	24
-7	7	14	37	-38	-5	3	15	136	134	0	8	15	26	-16	-3	3	16	28	21	-7	1	17	45	47
-6	7	14	26	-24	-3	3	15	130	137	2	8	15	40	-19	-2	3	16	65	72	-6	1	17	32	-34
-5	7	14	24	16	-2	3	15	119	129	-4	9	15	38	30	-1	3	16	33	45	-5	1	17	45	-44
-1	7	14	53	-42	-1	3	15	66	63	-3	9	15	55	44	1	3	16	83	-77	-4	1	17	35	-43
0	7	14	45	55	0	3	15	60	62	-1	9	15	38	33	2	3	16	157	-145	-3	1	17	105	-88
1	7	14	31	-20	2	3	15	61	-40	1	9	15	29	23	4	3	16	39	31	-2	1	17	108	-102
2	7	14	43	35	3	3	15	49	40	3	9	15	47	36	-8	4	16	42	40	-1	1	17	105	-94
3	7	14	31	-28	4	3	15	24	-19	-1	10	15	47	40	-7	4	16	51	-48	0	1	17	144	-144
-7	8	14	61	53	-8	4	15	70	-62	0	10	15	32	10	-5	4	16	35	-30	1	1	17	33	-32
-6	8	14	24	-13	-7	4	15	36	43	1	10	15	22	17	-4	4	16	98	95	3	1	17	22	-11
-4	8	14	62	-60	-5	4	15	35	-44	-4	11	15	42	34	-3	4	16	77	73	5	1	17	22	-21
-3	8	14	29	-28	-4	4	15	160	168	-3	11	15	28	15	-2	4	16	77	72	-8	2	17	46	40
-2	8	14	29	31	-3	4	15	82	82	-8	0	16	36	-26	-1	4	16	74	-83	-7	2	17	79	-88
-1	8	14	76	62	-2	4	15	81	-95	-7	0	16	50	54	0	4	16	36	-43	-6	2	17	100	-101
1	8	14	23	22	-1	4	15	24	-13	-5	0	16	27	29	1	4	16	65	-57	-3	2	17	38	-34
4	8	14	28	6	0	4	15	76	-63	-4	0	16	136	-152	2	4	16	63	59	-1	2	17	38	-34
-6	9	14	41	-37	1	4	15	49	38	-3	0	16	34	-40	3	4	16	24	11	0	2	17	42	44
-5	9	14	29	11	2	4	15	146	157	-2	0	16	141	-126	-6	5	16	48	43	1	2	17	77	81
-4	9	14	21	-6	4	4	15	33	-20	-1	0	16	275	292	-5	5	16	28	28	2	2	17	74	-67
1	9	14	37	29	-7	5	15	26	13	0	0	16	91	95	-4	5	16	87	75	3	2	17	24	17
-5	10	14	64	47	-6	5	15	32	30	1	0	16	56	66	-3	5	16	26	-15	-7	3	17	56	-42
-5	10	14	24	14	-5	5	15	89	94	2	0	16	63	-58	-1	5	16	33	-34	-5	3	17	62	-61
-2	10	14	43	43	-4	5	15	68	84	3	0	16	142	-144	0	5	16	22	31	-4	3	17	27	21
0	10	14	47	45	-2	5	15	33	47	4	0	16	57	-58	2	5	16	41	-24	-3	3	17	54	67
-3	11	14	44	-35	-1	5	15	21	11	5	0	16	73	90	-4	6	16	27	-17	-1	3	17	27	-28
-1	11	14	42	28	0	5	15	96	86	-6	1	16	49	-45	-3	6	16	66	72	1	3	17	36	-16
-9	1	15	49	32	3	5	15	34	-35	-5	1	16	42	-31	-2	6	16	127	-134	2	3	17	26	-46
-8	1	15	33	47	4	5	15	17	-23	-4	1	16	93	-99	-1	6	16	49	-52	3	3	17	38	35
-7	1	15	50	52	5	5	15	30	-8	-2	1	16	47	40	0	6	16	56	-61	-8	4	17	39	-35
-4	1	15	67	-69	-4	6	15	33	37	-1	1	16	82	83	1	6	16	21	-41	-7	4	17	34	31
-2	1	15	87	92	-7	6	15	26	-6	0	1	16	59	-61	2	6	16	34	17	-5	4	17	48	-57
-1	1	15	56	63	-6	6	15	33	24	1	1	16	41	-46	3	6	16	42	41	-4	4	17	93	101
0	1	15	20	10	-5	6	15	84	80	2	1	16	90	-83	4	6	16	48	-28	-3	4	17	31	-27
1	1	15	90	-86	-4	6	15	66	-75	3	1	16	30	-23	-2	7	16	54	-68	-2	4	17	43	-35
2	1	15	111	130	-3	6	15	28	22	5	1	16	38	31	-1	7	16	29	18	-1	4	17	53	59
4	1	15	27	-7	-2	6	15	30	45	-9	2	16	28	3	0	7	16	37	29	0	4	17	62	62
-7	2	15	134	-142	-1	6	15	154	-139	-8	2	16	25	31	1	7	16	32	37	1	4	17	74	-63
-6	2	15	104	-114	0	6	15	52	-43	-7	2	16	17	-32	-5	8	16	43	47	2	4	17	65	60
-5	2	15	31	-30	1	6	15	32	35	-3	2	16	48	53	-1	8	16	23	-9	3	4	17	24	-11
-3	2	15	101	105	3	6	15	26	-16	-2	2	16	62	66	1	8	16	35	25	4	4	17	29	-35
-2	2	15	43	46	4	6	15	30	30	-1	2	16	52	53	-3	9	16	27	0	-7	5	17	30	-14
-1	2	15	85	-92	-1	7	15	27	32	0	2	16	87	91	0	9	16	46	26	-4	5	17	42	35
0	2	15	47	-50	-1	7	15	60	-64	1	2	16	42	43	2	9	16	25	1	-3	5	17	34	-38

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-1	5	17	76	90	-4	3	18	83	-82	-4	3	19	33	45	-7	2	20	41	-35	-3	5	21	25	-29
3	5	17	24	-24	-3	3	18	48	56	-2	3	19	41	53	-5	2	20	28	11	-1	5	21	27	32
-7	6	17	31	-21	-2	3	18	96	100	-1	3	19	45	38	-7	2	20	53	52	-5	6	21	46	38
-6	6	17	22	13	-1	3	18	71	53	0	3	19	21	27	0	2	20	44	30	-2	6	21	61	65
-5	6	17	61	61	1	3	18	54	-53	1	3	19	43	57	1	2	20	68	53	-1	6	21	30	-10
-3	6	17	33	-30	-7	4	18	31	-12	2	3	19	25	-16	3	2	20	28	24	-1	7	21	32	-27
-2	6	17	69	76	-5	4	18	41	-40	3	3	19	23	15	-5	3	20	34	-28	-7	0	22	36	24
-1	6	17	59	-57	-4	4	18	56	60	-7	4	19	43	33	-3	3	20	29	0	-6	0	22	50	52
1	6	17	37	-36	0	4	18	47	-47	-5	4	19	49	49	-2	3	20	27	23	-5	0	22	27	-28
-6	7	17	27	21	1	4	19	30	-24	-3	4	19	57	-61	-1	3	20	37	33	-3	0	22	21	-10
-4	7	17	81	-83	-5	5	18	32	19	-4	4	19	58	66	0	3	20	29	26	1	0	22	100	-79
-3	7	17	29	-34	-3	5	18	25	23	-2	4	19	59	-72	1	3	20	26	-8	-6	1	22	22	-11
-2	7	17	44	-40	-2	5	18	51	68	-1	4	19	25	8	-6	4	20	29	-27	-3	1	22	28	-16
-1	7	17	24	-19	-1	5	18	42	26	0	4	19	71	67	-5	4	20	44	-36	-5	2	22	34	30
3	7	17	39	-28	0	5	18	40	-44	1	4	19	29	8	-3	4	20	23	15	-4	2	22	34	-34
-5	8	17	44	-43	2	5	18	23	11	2	4	19	36	44	-2	4	20	37	41	-2	2	22	30	41
-4	8	17	23	14	3	5	18	24	-5	-7	5	19	26	18	-4	5	20	33	39	0	2	22	38	-38
-3	8	17	23	26	-7	6	18	24	16	-5	5	19	29	-31	-2	5	20	38	27	-1	3	22	27	-29
0	8	17	25	-33	-3	6	18	37	25	-2	5	19	40	44	-1	5	20	21	3	1	3	22	36	27
1	8	17	64	-57	-2	6	18	47	-48	-1	5	19	79	90	2	5	20	25	3	-3	4	22	34	28
-3	9	17	22	-9	-1	6	18	30	-31	0	5	19	30	32	-4	6	20	27	7	-1	4	22	31	20
-1	9	17	30	-24	0	6	18	48	-37	-2	6	19	50	68	-2	6	20	29	-20	-4	5	22	29	26
0	9	17	40	-34	1	6	18	55	-45	1	6	19	32	21	-3	7	20	32	-31	-3	5	22	37	40
-3	10	17	36	38	3	6	18	30	-12	-5	7	19	24	-7	-4	8	20	32	-20	-1	5	22	23	-12
-6	0	18	27	-16	-6	7	18	24	-14	-4	7	19	27	-28	-3	8	20	32	-30	-4	6	22	53	42
-7	0	18	49	45	-1	7	18	23	-26	-1	7	19	32	-23	-2	8	20	25	24	-3	6	22	47	28
-5	0	18	45	37	2	7	18	53	37	-2	7	19	31	17	-5	1	21	32	21	-2	6	22	22	-10
-4	0	18	85	-87	-6	8	18	24	-23	-5	8	19	25	-13	-4	1	21	83	84	-4	1	23	38	44
-3	0	18	182	-179	-2	8	18	22	-7	-2	8	19	35	-32	-2	1	21	44	-36	-3	1	23	41	36
-2	0	18	116	-121	-1	8	18	38	-28	-1	8	19	27	32	1	1	21	32	-33	-2	1	23	29	26
-1	0	18	21	19	0	8	18	24	-28	-8	0	20	54	-66	2	1	21	30	20	0	1	23	38	-20
0	0	18	29	12	-2	9	18	37	-25	-6	0	20	41	28	-6	2	21	24	-27	-5	2	23	53	53
1	0	18	37	-49	-5	1	19	42	33	-4	0	20	39	12	-5	2	21	54	63	-2	2	23	40	-47
3	0	18	29	-27	-4	1	19	32	21	-3	0	20	54	38	-3	2	21	70	-67	-1	2	23	24	-19
-5	1	18	44	-42	-3	1	19	37	17	-2	0	20	98	-102	-2	2	21	60	-55	0	3	23	31	19
-4	1	18	69	-67	-1	1	19	107	-116	-1	0	20	59	61	-1	2	21	41	-32	-4	4	23	26	29
-2	1	18	32	32	0	1	19	45	-44	0	0	20	92	92	0	2	21	46	-40	-3	4	23	29	6
-1	1	18	37	42	1	1	19	34	21	2	0	20	32	27	1	2	21	31	27	-5	0	24	33	-43
1	1	18	67	-61	2	1	19	58	53	3	0	20	65	38	-7	3	21	37	-35	-4	0	24	31	23
2	1	18	22	18	4	1	19	23	-15	-7	1	20	27	24	0	3	21	42	34	-2	0	24	27	-35
-3	2	18	114	-109	-8	2	19	30	16	-5	1	20	27	-19	2	3	21	30	-7	-1	0	24	26	-12
-1	2	18	33	-27	-5	2	19	38	35	-3	1	20	28	-39	-6	4	21	37	41	-3	1	24	29	-18
2	2	18	28	-42	-3	2	19	24	-34	-1	1	20	55	62	-4	4	21	37	45	-1	1	24	31	22
3	2	18	25	2	-2	2	19	111	-118	1	1	20	26	-26	-2	4	21	45	-42	-3	2	24	34	-31
-7	3	18	33	25	0	2	19	32	25	2	1	20	26	28	1	4	21	38	-30	-4	3	24	25	-29
-5	3	18	26	14	1	2	19	131	121	3	1	20	21	-14	2	4	21	30	23	-2	3	24	39	30
-5	3	18	27	-17	-4	3	19	46	-51															

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR PCNHUR

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
4	0	0	935	932	8	4	0	161	160	5	9	0	22	28	5	1	1	293	291	1	5	1	184	172
6	0	0	360	360	11	4	0	16	30	6	9	0	18	15	6	1	1	348	348	2	5	1	420	419
8	0	0	436	447	1	5	0	181	169	7	9	0	68	69	7	1	1	43	43	3	5	1	270	279
10	0	0	25	22	2	5	0	91	87	8	9	0	18	26	8	1	1	118	124	4	5	1	95	90
12	0	0	26	20	3	5	0	178	173	0	10	0	44	48	9	1	1	80	81	5	5	1	110	113
1	1	0	189	178	4	5	0	102	95	1	10	0	12	16	10	1	1	133	132	6	5	1	79	74
2	1	0	225	229	5	5	0	132	133	2	10	0	42	42	11	1	1	14	9	7	5	1	79	74
3	1	0	929	917	6	5	0	134	130	4	10	0	72	72	12	1	1	25	29	8	5	1	95	94
4	1	0	556	540	7	5	0	53	53	5	10	0	37	37	0	2	1	431	435	9	5	1	29	26
5	1	0	349	339	8	5	0	46	41	6	10	0	31	28	1	2	1	239	238	10	5	1	35	31
6	1	0	24	25	9	5	0	60	64	7	10	0	30	32	2	2	1	363	364	11	5	1	23	22
7	1	0	190	180	10	5	0	15	17	1	11	0	30	32	3	2	1	432	428	0	6	1	141	133
8	1	0	191	194	11	5	0	20	14	2	11	0	25	22	4	2	1	206	205	1	6	1	364	362
9	1	0	66	62	0	6	0	234	233	3	11	0	107	105	5	2	1	415	400	2	6	1	252	253
10	1	0	88	96	1	6	0	102	106	5	11	0	46	37	6	2	1	255	244	3	6	1	228	228
11	1	0	48	55	2	6	0	193	185	8	11	0	31	33	7	2	1	39	39	4	6	1	53	49
1	2	0	498	500	3	6	0	94	97	0	12	0	66	62	8	2	1	101	105	5	6	1	52	53
2	2	0	132	129	4	6	0	208	208	1	12	0	22	23	9	2	1	42	41	6	6	1	169	171
3	2	0	383	379	5	6	0	25	29	2	12	0	20	18	10	2	1	120	129	7	6	1	74	75
4	2	0	208	201	6	6	0	21	14	3	12	0	15	12	11	2	1	16	19	8	6	1	48	40
5	2	0	40	37	7	6	0	92	98	4	12	0	16	11	12	2	1	42	52	9	6	1	31	32
6	2	0	84	81	8	6	0	97	97	5	12	0	17	17	0	3	1	630	635	10	6	1	38	38
7	2	0	253	257	9	6	0	29	28	7	12	0	15	6	1	3	1	195	193	11	6	1	40	40
8	2	0	281	282	10	6	0	53	47	8	12	0	53	49	2	3	1	430	430	0	7	1	41	34
9	2	0	21	23	11	6	0	26	19	1	13	0	31	33	3	3	1	143	150	1	7	1	139	134
10	2	0	124	129	1	7	0	126	126	2	13	0	17	25	4	3	1	238	234	2	7	1	120	123
11	2	0	61	64	2	7	0	24	17	3	13	0	35	35	5	3	1	408	402	3	7	1	141	144
12	2	0	15	21	3	7	0	30	27	4	13	0	41	37	6	3	1	96	97	4	7	1	41	38
1	3	0	149	136	4	7	0	27	20	5	13	0	14	17	7	3	1	91	99	5	7	1	63	67
2	3	0	312	311	5	7	0	179	181	6	13	0	61	54	8	3	1	96	99	6	7	1	61	62
3	3	0	582	565	6	7	0	96	93	0	14	0	99	93	9	3	1	42	44	7	7	1	157	159
4	3	0	320	318	7	7	0	37	39	1	14	0	19	16	10	3	1	133	135	8	7	1	42	36
5	3	0	223	213	8	7	0	96	94	3	14	0	32	22	11	3	1	26	27	9	7	1	17	13
6	3	0	73	75	9	7	0	52	50	4	14	0	18	16	12	3	1	22	17	10	7	1	33	34
7	3	0	14	9	11	7	0	30	29	1	0	1	298	274	0	4	1	49	42	11	7	1	36	32
8	3	0	247	240	0	8	0	296	287	3	0	1	519	506	1	4	1	81	83	0	8	1	43	33
9	3	0	17	14	1	8	0	177	176	4	0	1	243	238	2	4	1	214	221	1	8	1	149	146
10	3	0	107	114	2	8	0	35	38	5	0	1	622	615	3	4	1	212	215	2	8	1	62	61
11	3	0	84	87	3	8	0	157	161	6	0	1	130	134	4	4	1	198	192	3	8	1	67	73
12	3	0	87	96	4	8	0	31	30	7	0	1	32	38	5	4	1	129	121	4	8	1	137	140
0	4	0	320	326	5	8	0	75	70	8	0	1	72	72	6	4	1	30	20	5	8	1	174	174
1	4	0	191	203	6	8	0	30	33	9	0	1	67	63	7	4	1	17	9	6	8	1	75	76
2	4	0	376	379	7	8	0	49	54	10	0	1	43	47	8	4	1	17	11	7	8	1	30	31
3	4	0	34	27	8	8	0	34	31	11	0	1	29	35	9	4	1	58	65	9	8	1	21	26
4	4	0	529	528	1	9	0	103	97	12	0	1	32	33	10	4	1	84	88	10	8	1	26	20
5	4	0	114	109	2	9	0	12	11	1	1	1	217	224	11	4	1	38	44	0	9	1	117	119
6	4	0	44	37	3	9	0	29	27	3	1	1	391	386	12	4	1	29	30	1	9	1	49	51
7	4	0	84	91	4	9	0	12	34	4	1	1	165	159	0	5	1	277	278	2	9	1	24	24

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR PCNHUR

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
3	9	1	57	58	4	0	2	130	135	4	4	2	120	111	3	8	2	88	96	2	13	2	14	11
4	9	1	35	36	5	0	2	244	237	5	4	2	204	202	4	8	2	113	117	3	13	2	50	49
5	9	1	35	33	6	0	2	99	95	6	4	2	131	133	5	8	2	97	98	4	13	2	15	13
6	9	1	64	62	7	0	2	92	100	7	4	2	127	133	6	8	2	98	93	5	13	2	14	14
7	9	1	19	18	8	0	2	107	105	8	4	2	73	72	7	8	2	126	125	6	13	2	33	29
8	9	1	45	42	9	0	2	33	38	9	4	2	52	52	8	8	2	77	74	0	14	2	15	13
9	9	1	31	27	10	0	2	80	76	10	4	2	42	37	9	8	2	46	50	1	14	2	24	19
10	9	1	20	18	1	1	2	193	188	11	4	2	26	24	10	8	2	23	24	2	14	2	33	31
0	10	1	26	24	2	1	2	383	389	12	4	2	29	28	0	9	2	37	32	3	14	2	15	26
1	10	1	47	48	3	1	2	430	413	0	5	2	217	219	1	9	2	183	181	4	14	2	23	21
2	10	1	36	28	4	1	2	146	151	1	5	2	291	293	2	9	2	104	104	1	0	3	84	88
3	10	1	85	84	5	1	2	120	103	2	5	2	84	79	3	9	2	63	63	2	0	3	880	892
4	10	1	53	54	6	1	2	62	61	3	5	2	147	148	4	9	2	33	29	3	0	3	167	170
5	10	1	87	84	7	1	2	86	86	4	5	2	179	176	5	9	2	25	28	4	0	3	81	81
6	10	1	32	29	8	1	2	77	76	5	5	2	100	101	6	9	2	66	65	5	0	3	53	50
7	10	1	21	24	9	1	2	90	91	6	5	2	77	78	7	9	2	28	21	6	0	3	120	111
8	10	1	17	16	10	1	2	90	90	7	5	2	80	80	8	9	2	32	31	7	0	3	27	30
9	10	1	21	22	11	1	2	23	25	8	5	2	74	76	9	9	2	16	15	8	0	3	63	58
0	11	1	23	23	12	1	2	33	39	9	5	2	29	26	10	9	2	19	23	10	0	3	14	9
1	11	1	15	20	0	2	2	948	942	10	5	2	42	40	0	10	2	92	85	11	0	3	28	27
2	11	1	40	41	1	2	2	338	334	11	5	2	19	17	1	10	2	83	79	12	0	3	28	23
3	11	1	26	27	2	2	2	73	69	0	6	2	132	139	2	10	2	47	42	1	1	3	382	384
4	11	1	32	32	3	2	2	141	137	1	6	2	497	476	3	10	2	99	91	2	1	3	289	288
5	11	1	52	55	4	2	2	284	276	2	6	2	52	52	4	10	2	88	90	3	1	3	171	172
6	11	1	19	23	5	2	2	87	84	3	6	2	135	140	5	10	2	92	90	4	1	3	48	40
7	11	1	36	37	6	2	2	66	60	4	6	2	79	76	6	10	2	67	68	5	1	3	102	104
0	12	1	33	29	7	2	2	150	154	5	6	2	154	149	7	10	2	36	37	6	1	3	203	200
1	12	1	43	42	8	2	2	153	152	6	6	2	77	80	8	10	2	17	14	7	1	3	77	83
2	12	1	48	48	10	2	2	97	98	7	6	2	97	94	9	10	2	36	31	8	1	3	31	23
3	12	1	68	65	11	2	2	26	25	8	6	2	55	53	0	11	2	47	36	9	1	3	97	93
4	12	1	17	17	12	2	2	24	26	9	6	2	71	72	1	11	2	60	60	10	1	3	27	29
6	12	1	25	24	0	3	2	169	163	10	6	2	13	11	2	11	2	30	25	11	1	3	21	23
7	12	1	31	29	1	3	2	63	64	11	6	2	17	11	3	11	2	113	111	12	1	3	18	16
0	13	1	19	21	2	3	2	264	271	0	7	2	77	72	4	11	2	75	74	0	2	3	193	202
1	13	1	56	55	3	3	2	107	108	1	7	2	68	66	5	11	2	29	25	1	2	3	29	24
2	13	1	40	39	4	3	2	312	311	2	7	2	103	102	6	11	2	29	31	2	2	3	213	206
3	13	1	40	33	5	3	2	79	69	3	7	2	159	161	7	11	2	31	32	3	2	3	119	116
4	13	1	44	40	6	3	2	110	109	4	7	2	111	108	8	11	2	18	17	4	2	3	20	12
5	13	1	15	14	7	3	2	71	74	5	7	2	251	259	0	12	2	59	56	5	2	3	111	111
6	13	1	26	27	8	3	2	55	54	6	7	2	23	23	1	12	2	121	113	6	2	3	170	172
0	14	1	14	21	9	3	2	64	72	7	7	2	32	33	2	12	2	27	27	7	2	3	60	60
1	14	1	33	20	10	3	2	42	44	8	7	2	26	23	3	12	2	36	35	8	2	3	18	10
2	14	1	36	33	11	3	2	22	22	9	7	2	56	63	4	12	2	55	54	9	2	3	49	42
3	14	1	16	14	12	3	2	16	18	10	7	2	18	23	5	12	2	46	47	10	2	3	33	33
4	14	1	23	23	0	4	2	327	329	11	7	2	46	47	6	12	2	32	22	11	2	3	34	31
1	0	2	242	246	1	4	2	418	426	0	8	2	97	92	7	12	2	30	31	12	2	3	28	27
2	0	2	242	248	2	4	2	159	160	1	8	2	115	115	0	13	2	48	45	0	3	3	391	390
3	0	2	300	290	3	4	2	267	259	2	8	2	171	181	1	13	2	17	13	1	3	3	223	223

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
2	3	3	145	143	2	7	3	58	54	6	11	3	27	28	4	2	4	303	309	4	6	4	23	19
3	3	3	65	61	3	7	3	110	107	7	11	3	31	29	5	2	4	59	55	5	6	4	85	69
4	3	3	102	95	4	7	3	158	157	8	11	3	42	40	6	2	4	91	87	6	6	4	63	63
5	3	3	107	107	5	7	3	91	90	0	12	3	27	34	7	2	4	48	50	7	6	4	45	41
6	3	3	83	88	6	7	3	22	23	1	12	3	63	64	8	2	4	142	148	8	6	4	102	106
7	3	3	78	73	7	7	3	68	68	2	12	3	53	47	9	2	4	27	22	9	6	4	24	32
8	3	3	65	71	8	7	3	24	25	3	12	3	92	94	10	2	4	25	29	10	6	4	62	61
9	3	3	46	51	9	7	3	76	72	4	12	3	26	22	11	2	4	35	33	11	6	4	22	17
10	3	3	43	38	10	7	3	41	44	5	12	3	21	21	0	3	4	120	141	0	7	4	62	63
12	3	3	21	16	11	7	3	23	19	6	12	3	71	65	1	3	4	44	34	1	7	4	52	54
0	4	3	88	88	0	8	3	26	26	7	12	3	41	37	2	3	4	300	313	2	7	4	157	170
1	4	3	244	247	1	8	3	58	57	0	13	3	47	47	3	3	4	40	39	3	7	4	68	69
2	4	3	278	282	2	8	3	177	170	1	13	3	19	14	4	3	4	80	81	4	7	4	136	134
3	4	3	167	167	3	8	3	87	89	2	13	3	17	14	5	3	4	102	104	5	7	4	58	52
4	4	3	18	11	4	8	3	117	121	3	13	3	27	23	6	3	4	137	138	6	7	4	76	80
5	4	3	117	114	5	8	3	94	88	4	13	3	17	4	7	3	4	43	42	7	7	4	51	50
6	4	3	122	129	6	8	3	74	73	5	13	3	22	19	8	3	4	69	72	8	7	4	41	40
7	4	3	30	28	7	8	3	119	121	6	13	3	13	1	9	3	4	17	15	9	7	4	33	40
8	4	3	90	85	8	8	3	32	34	1	14	3	15	10	10	3	4	46	45	10	7	4	19	14
9	4	3	21	22	9	8	3	52	49	2	14	3	18	14	11	3	4	14	10	0	8	4	63	63
10	4	3	63	65	10	8	3	39	41	3	14	3	27	23	0	4	4	141	141	1	8	4	67	72
11	4	3	37	38	0	9	3	132	142	4	14	3	55	49	1	4	4	326	339	2	8	4	102	113
0	5	3	30	29	1	9	3	206	203	5	14	3	16	13	2	4	4	138	132	3	8	4	132	128
1	5	3	197	206	2	9	3	131	132	1	0	4	418	401	3	4	4	198	207	5	8	4	134	136
2	5	3	235	237	3	9	3	151	148	2	0	4	63	63	4	4	4	146	144	6	8	4	24	28
3	5	3	421	417	4	9	3	193	192	3	0	4	279	283	5	4	4	36	37	7	8	4	61	64
4	5	3	71	68	5	9	3	117	116	4	0	4	20	15	6	4	4	79	83	8	8	4	91	98
5	5	3	81	78	6	9	3	49	53	5	0	4	59	61	7	4	4	131	140	9	8	4	17	23
6	5	3	99	99	7	9	3	13	13	6	0	4	73	75	8	4	4	82	81	10	8	4	28	35
7	5	3	22	31	8	9	3	42	34	7	0	4	29	33	9	4	4	37	38	0	9	4	166	169
8	5	3	67	63	9	9	3	54	57	8	0	4	16	7	10	4	4	45	41	1	9	4	110	119
9	5	3	27	25	10	9	3	23	21	9	0	4	97	101	11	4	4	15	12	2	9	4	225	229
10	5	3	63	61	0	10	3	59	53	10	0	4	59	54	0	5	4	197	204	3	9	4	34	35
11	5	3	25	23	1	10	3	131	132	1	1	4	128	130	1	5	4	96	99	4	9	4	102	105
0	6	3	109	106	2	10	3	106	108	2	1	4	232	240	2	5	4	187	195	5	9	4	81	85
1	6	3	129	127	3	10	3	33	32	3	1	4	170	166	3	5	4	85	86	6	9	4	121	122
2	6	3	41	35	4	10	3	39	42	4	1	4	232	228	4	5	4	147	146	7	9	4	55	59
3	6	3	31	30	5	10	3	76	72	5	1	4	94	94	5	5	4	116	115	8	9	4	20	21
4	6	3	140	138	6	10	3	64	65	6	1	4	25	17	6	5	4	62	66	9	9	4	35	32
5	6	3	109	107	7	10	3	50	45	7	1	4	19	15	7	5	4	43	38	0	10	4	110	112
6	6	3	59	58	8	10	3	35	31	8	1	4	25	27	8	5	4	84	85	1	10	4	121	116
7	6	3	141	146	9	10	3	17	18	9	1	4	47	50	9	5	4	38	38	2	10	4	26	24
8	6	3	60	62	0	11	3	53	49	10	1	4	40	39	10	5	4	25	26	3	10	4	144	144
9	6	3	20	15	1	11	3	140	133	11	1	4	19	21	11	5	4	21	20	4	10	4	33	30
10	6	3	26	24	2	11	3	93	90	12	1	4	30	28	0	6	4	50	46	5	10	4	28	21
11	6	3	23	21	3	11	3	93	89	1	2	4	76	72	1	6	4	45	41	6	10	4	61	56
0	7	3	60	59	4	11	3	52	52	2	2	4	185	182	2	6	4	237	240	7	10	4	54	57
1	7	3	93	97	5	11	3	89	83	3	2	4	222	221	3	6	4	71	73	9	10	4	27	23

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR PCNHUR

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
0	11	4	141	141	12	1	5	14	18	2	6	5	194	196	8	10	5	35	28	2	2	6	87	83
1	11	4	142	142	1	2	5	263	268	3	6	5	76	75	9	10	5	23	18	3	2	6	194	193
2	11	4	18	12	2	2	5	123	126	4	6	5	172	175	0	11	5	32	21	4	2	6	254	254
3	11	4	58	56	3	2	5	42	44	5	6	5	68	63	1	11	5	53	59	5	2	6	34	24
4	11	4	43	42	4	2	5	57	57	6	6	5	66	71	2	11	5	22	20	6	2	6	177	181
5	11	4	49	51	5	2	5	186	184	7	6	5	18	19	3	11	5	42	43	7	2	6	140	141
6	11	4	31	33	6	2	5	109	106	8	6	5	45	44	4	11	5	41	41	8	2	6	34	34
7	11	4	36	38	7	2	5	103	102	9	6	5	17	16	5	11	5	52	50	9	2	6	76	81
8	11	4	49	47	8	2	5	105	104	10	6	5	16	18	6	11	5	33	30	10	2	6	42	47
1	12	4	32	32	9	2	5	23	23	0	7	5	47	48	7	11	5	15	17	11	2	6	27	28
2	12	4	29	33	10	2	5	33	35	1	7	5	116	125	8	11	5	23	16	0	3	6	261	259
4	12	4	42	38	11	2	5	17	14	2	7	5	60	67	0	12	5	41	39	1	3	6	353	354
5	12	4	23	25	12	2	5	34	35	3	7	5	51	50	1	12	5	33	26	2	3	6	141	138
6	12	4	43	41	0	3	5	307	308	4	7	5	55	60	2	12	5	42	43	3	3	6	342	352
7	12	4	32	29	1	3	5	313	310	5	7	5	81	81	3	12	5	19	21	4	3	6	193	194
0	13	4	20	13	2	3	5	255	270	6	7	5	91	97	4	12	5	43	40	5	3	6	82	83
1	13	4	28	25	3	3	5	293	290	7	7	5	27	33	5	12	5	29	24	6	3	6	115	118
2	13	4	41	41	4	3	5	348	355	8	7	5	48	48	6	12	5	14	9	7	3	6	146	145
3	13	4	26	20	5	3	5	125	123	9	7	5	27	29	1	13	5	26	21	8	3	6	63	55
4	13	4	40	35	6	3	5	81	81	10	7	5	34	37	3	13	5	20	17	9	3	6	93	94
5	13	4	28	29	7	3	5	47	59	0	8	5	132	133	4	13	5	17	11	10	3	6	14	22
6	13	4	41	33	8	3	5	98	98	1	8	5	70	74	6	13	5	21	17	11	3	6	17	15
0	14	4	18	13	9	3	5	112	120	2	8	5	69	69	0	14	5	19	18	0	4	6	28	36
1	14	4	22	18	10	3	5	21	26	3	8	5	102	107	1	14	5	25	16	1	4	6	144	144
2	14	4	43	29	0	4	5	452	438	4	8	5	85	83	2	14	5	23	25	2	4	6	321	323
3	14	4	16	4	1	4	5	103	106	5	8	5	24	15	3	14	5	17	13	3	4	6	119	110
4	14	4	20	8	2	4	5	332	342	6	8	5	81	86	4	14	5	40	35	4	4	6	129	133
2	0	5	121	124	3	4	5	198	195	7	8	5	28	29	1	0	6	29	39	5	4	6	67	63
3	0	5	15	10	4	4	5	220	220	8	8	5	27	26	2	0	6	160	161	6	4	6	78	77
4	0	5	78	81	5	4	5	91	91	9	8	5	21	16	3	0	6	230	235	7	4	6	72	77
5	0	5	20	20	6	4	5	158	154	10	8	5	28	23	4	0	6	470	470	8	4	6	39	39
6	0	5	151	152	7	4	5	83	83	0	9	5	153	147	5	0	6	47	49	9	4	6	39	32
7	0	5	23	28	8	4	5	85	96	1	9	5	45	47	7	0	6	15	14	11	4	6	16	7
8	0	5	29	33	9	4	5	52	51	2	9	5	44	51	8	0	6	103	103	0	5	6	14	9
9	0	5	19	19	10	4	5	30	22	3	9	5	86	91	10	0	6	15	13	1	5	6	148	159
10	0	5	50	46	0	5	5	131	131	4	9	5	71	79	11	0	6	78	73	2	5	6	295	302
11	0	5	17	16	1	5	5	62	57	5	9	5	70	67	1	1	6	158	157	3	5	6	87	85
1	1	5	424	425	2	5	5	61	48	6	9	5	43	45	2	1	6	86	84	4	5	6	166	171
2	1	5	96	102	3	5	5	148	157	7	9	5	23	19	3	1	6	168	177	5	5	6	52	54
3	1	5	182	189	4	5	5	83	82	8	9	5	32	26	4	1	6	263	260	6	5	6	73	76
4	1	5	113	111	5	5	5	53	57	0	10	5	26	20	5	1	6	99	96	7	5	6	68	69
5	1	5	40	38	6	5	5	51	56	1	10	5	103	103	6	1	6	82	84	8	5	6	36	40
6	1	5	115	115	7	5	5	70	70	2	10	5	125	125	7	1	6	48	45	9	5	6	14	11
7	1	5	82	84	8	5	5	20	16	3	10	5	46	43	8	1	6	81	81	0	6	6	24	25
8	1	5	42	40	9	5	5	68	74	4	10	5	143	149	9	1	6	40	45	1	6	6	123	127
9	1	5	99	102	10	5	5	30	32	5	10	5	48	47	10	1	6	24	23	2	6	6	88	85
10	1	5	57	53	0	6	5	139	137	6	10	5	28	24	11	1	6	56	60	3	6	6	195	209
11	1	5	44	43	1	6	5	74	73	7	10	5	22	24	1	2	6	462	464	4	6	6	49	51

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
5	6	6	42	37	3	12	6	25	23	5	3	7	82	86	10	7	7	39	36	4	0	8	45	39
6	6	6	17	12	5	12	6	20	16	6	3	7	77	82	0	8	7	46	57	5	0	8	118	117
7	6	6	66	66	6	12	6	16	16	7	3	7	132	144	1	8	7	142	145	6	0	8	181	188
8	6	6	25	25	0	13	6	15	8	8	3	7	31	28	2	8	7	81	83	7	0	8	73	75
9	6	6	38	30	1	13	6	20	22	9	3	7	44	44	3	8	7	75	73	8	0	8	24	25
10	6	6	24	25	2	13	6	26	25	10	3	7	34	31	4	8	7	19	19	9	0	8	19	18
0	7	6	19	29	3	13	6	24	23	11	3	7	20	14	5	8	7	96	98	10	0	8	25	23
1	7	6	68	79	4	13	6	22	22	0	4	7	107	113	6	8	7	17	16	11	0	8	21	23
2	7	6	37	40	5	13	6	15	9	1	4	7	160	161	7	8	7	57	60	1	1	8	195	198
3	7	6	113	117	1	14	6	36	27	2	4	7	38	36	8	8	7	40	37	2	1	8	124	120
4	7	6	68	72	2	14	6	14	10	3	4	7	56	56	9	8	7	26	23	3	1	8	134	131
5	7	6	51	51	3	14	6	14	11	4	4	7	79	83	0	9	7	101	107	4	1	8	76	73
6	7	6	67	69	1	0	7	134	134	5	4	7	78	80	1	9	7	89	91	5	1	8	68	71
8	7	6	39	43	2	0	7	83	82	6	4	7	33	31	2	9	7	88	85	6	1	8	98	98
9	7	6	38	35	3	0	7	173	180	7	4	7	58	60	3	9	7	67	70	7	1	8	26	28
10	7	6	28	25	4	0	7	131	133	8	4	7	32	30	4	9	7	66	65	8	1	8	42	44
1	8	6	43	41	5	0	7	38	38	9	4	7	21	23	5	9	7	51	50	9	1	8	20	14
2	8	6	47	50	6	0	7	68	73	10	4	7	51	49	7	9	7	19	16	10	1	8	28	22
3	8	6	75	74	7	0	7	33	40	0	5	7	124	133	8	9	7	34	32	11	1	8	24	22
4	8	6	102	106	8	0	7	69	73	1	5	7	79	84	0	10	7	36	33	1	2	8	184	181
5	8	6	35	36	9	0	7	80	80	2	5	7	85	87	1	10	7	153	162	2	2	8	130	132
6	8	6	21	21	10	0	7	60	62	3	5	7	87	86	2	10	7	50	49	3	2	8	134	137
7	8	6	21	12	1	1	7	291	298	4	5	7	138	142	4	10	7	42	44	4	2	8	102	106
8	8	6	21	24	2	1	7	382	372	5	5	7	122	125	5	10	7	33	39	5	2	8	90	93
0	9	6	89	93	3	1	7	132	137	6	5	7	47	49	6	10	7	18	14	6	2	8	56	51
1	9	6	70	70	4	1	7	105	106	7	5	7	53	47	7	10	7	17	12	7	2	8	45	47
2	9	6	55	52	5	1	7	113	109	8	5	7	61	59	8	10	7	15	13	8	2	8	19	10
3	9	6	50	55	6	1	7	179	179	9	5	7	60	64	0	11	7	29	31	9	2	8	41	36
4	9	6	94	101	7	1	7	22	18	11	5	7	19	20	1	11	7	11	8	10	2	8	38	32
5	9	6	76	75	8	1	7	52	53	0	6	7	33	34	2	11	7	43	40	0	3	8	28	28
6	9	6	31	31	9	1	7	80	80	1	6	7	134	141	3	11	7	26	32	1	3	8	158	152
7	9	6	31	34	11	1	7	28	27	2	6	7	84	84	4	11	7	17	24	2	3	8	22	10
8	9	6	28	26	1	2	7	414	409	3	6	7	62	64	5	11	7	20	18	3	3	8	31	27
0	10	6	122	117	2	2	7	307	305	4	6	7	84	86	6	11	7	29	25	4	3	8	62	66
1	10	6	95	104	3	2	7	222	223	5	6	7	150	154	0	12	7	13	8	5	3	8	69	75
2	10	6	72	73	4	2	7	120	120	6	6	7	46	48	1	12	7	32	32	6	3	8	50	48
3	10	6	85	93	5	2	7	111	114	7	6	7	57	54	2	12	7	29	27	7	3	8	19	7
4	10	6	25	20	6	2	7	66	64	8	6	7	44	40	4	12	7	35	31	8	3	8	60	60
5	10	6	46	47	7	2	7	92	93	10	6	7	41	37	5	12	7	17	15	9	3	8	20	14
7	10	6	14	13	8	2	7	80	82	0	7	7	73	74	6	12	7	24	27	10	3	8	27	30
8	10	6	30	26	9	2	7	79	81	1	7	7	35	34	0	13	7	21	20	11	3	8	23	20
0	11	6	23	23	10	2	7	15	15	2	7	7	95	102	1	13	7	13	8	0	4	8	70	70
1	11	6	49	49	11	2	7	12	17	3	7	7	67	64	2	13	7	29	20	1	4	8	60	66
2	11	6	61	65	0	3	7	76	66	4	7	7	43	47	0	14	7	50	44	2	4	8	137	132
3	11	6	45	49	1	3	7	221	229	5	7	7	77	76	1	14	7	26	25	3	4	8	125	126
4	11	6	26	23	2	3	7	59	60	7	7	7	24	25	1	0	8	144	140	4	4	8	62	61
7	11	6	17	18	3	3	7	148	159	8	7	7	40	40	2	0	8	189	187	5	4	8	113	120
2	12	6	22	23	4	3	7	67	63	9	7	7	25	24	3	0	8	83	84	6	4	8	24	32

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
7	4	8	68	63	3	9	8	25	18	5	1	9	31	33	9	5	9	42	36	3	11	9	17	11
8	4	8	44	42	4	9	8	60	61	6	1	9	40	42	10	5	9	52	47	4	11	9	27	25
9	4	8	85	91	5	9	8	52	61	7	1	9	53	51	0	6	9	30	25	5	11	9	25	29
10	4	8	37	32	6	9	8	62	61	8	1	9	51	47	1	6	9	136	142	6	11	9	44	40
11	4	8	15	26	7	9	8	17	16	9	1	9	16	12	2	6	9	52	55	0	12	9	29	31
0	5	8	11	14	8	9	8	39	34	10	1	9	53	50	3	6	9	136	143	1	12	9	39	33
1	5	8	58	69	0	10	8	45	46	11	1	9	20	16	4	6	9	42	41	4	12	9	56	48
2	5	8	143	144	1	10	8	77	76	1	2	9	79	76	5	6	9	132	132	5	12	9	20	15
3	5	8	170	168	2	10	8	61	59	2	2	9	74	71	6	6	9	69	66	0	13	9	53	50
4	5	8	83	95	3	10	8	28	34	3	2	9	107	108	7	6	9	35	38	1	13	9	28	20
5	5	8	110	110	4	10	8	22	23	4	2	9	72	71	8	6	9	54	57	2	13	9	20	18
6	5	8	13	12	5	10	8	23	24	5	2	9	50	57	0	7	9	105	107	3	13	9	22	19
7	5	8	74	75	6	10	8	55	51	6	2	9	109	110	1	7	9	213	223	1	0	10	61	59
8	5	8	65	65	7	10	8	27	18	7	2	9	68	71	2	7	9	153	155	2	0	10	166	160
9	5	8	13	12	8	10	8	57	54	8	2	9	35	33	3	7	9	90	97	3	0	10	103	103
10	5	8	59	55	0	11	8	26	19	9	2	9	11	4	4	7	9	106	107	4	0	10	72	73
0	6	8	180	191	2	11	8	50	46	11	2	9	44	44	5	7	9	101	104	5	0	10	72	73
1	6	8	17	24	3	11	8	43	46	0	3	9	140	146	6	7	9	40	43	6	0	10	13	23
2	6	8	72	67	5	11	8	14	9	1	3	9	32	35	7	7	9	43	40	7	0	10	40	41
3	6	8	136	139	6	11	8	28	20	2	3	9	137	134	8	7	9	37	40	8	0	10	65	61
4	6	8	54	59	7	11	8	25	18	3	3	9	18	14	9	7	9	32	27	10	0	10	21	21
5	6	8	81	78	0	12	8	36	40	4	3	9	46	48	0	8	9	158	167	1	1	10	203	202
6	6	8	69	68	1	12	8	16	11	5	3	9	102	106	1	8	9	32	40	2	1	10	52	37
7	6	8	69	67	2	12	8	51	45	6	3	9	104	103	2	8	9	156	163	3	1	10	40	40
8	6	8	56	57	3	12	8	23	22	7	3	9	98	99	3	8	9	82	85	4	1	10	160	162
9	6	8	24	21	4	12	8	22	16	8	3	9	13	11	4	8	9	57	55	5	1	10	136	138
10	6	8	33	27	5	12	8	16	12	9	3	9	48	45	5	8	9	67	67	6	1	10	76	76
0	7	8	22	15	6	12	8	19	17	10	3	9	32	28	6	8	9	69	70	7	1	10	58	55
1	7	8	164	172	1	13	8	35	25	0	4	9	55	57	7	8	9	24	22	8	1	10	49	50
2	7	8	62	64	2	13	8	30	28	1	4	9	16	23	8	8	9	36	38	9	1	10	22	18
3	7	8	221	223	3	13	8	29	29	2	4	9	87	84	0	9	9	19	0	10	1	10	24	20
4	7	8	113	112	4	13	8	48	42	3	4	9	49	48	1	9	9	26	29	1	2	10	77	81
5	7	8	91	88	1	14	8	17	12	4	4	9	138	138	2	9	9	91	98	2	2	10	164	166
6	7	8	21	21	1	0	9	111	118	5	4	9	74	76	3	9	9	23	27	3	2	10	135	134
7	7	8	65	64	2	0	9	36	36	6	4	9	25	24	4	9	9	37	33	4	2	10	121	115
8	7	8	18	18	3	0	9	91	96	7	4	9	92	93	5	9	9	33	32	5	2	10	100	93
0	8	8	214	232	4	0	9	79	72	8	4	9	50	48	6	9	9	89	92	6	2	10	163	162
1	8	8	101	99	5	0	9	28	27	9	4	9	15	21	7	9	9	22	16	7	2	10	31	29
2	8	8	138	131	6	0	9	70	73	10	4	9	37	37	8	9	9	39	36	8	2	10	44	43
3	8	8	91	91	7	0	9	81	79	0	5	9	19	22	0	10	9	36	39	9	2	10	24	23
4	8	8	77	78	8	0	9	20	16	1	5	9	63	68	1	10	9	24	19	10	2	10	48	44
5	8	8	97	98	9	0	9	16	4	2	5	9	99	101	2	10	9	42	41	0	3	10	107	116
6	8	8	73	72	10	0	9	25	19	3	5	9	148	156	3	10	9	51	47	1	3	10	60	63
7	8	8	39	39	11	0	9	41	47	4	5	9	98	98	4	10	9	36	38	2	3	10	14	10
8	8	8	66	64	1	1	9	136	135	5	5	9	103	98	5	10	9	24	29	3	3	10	91	93
0	9	8	79	79	2	1	9	43	45	6	5	9	66	69	7	10	9	21	13	4	3	10	50	47
1	9	8	71	77	3	1	9	69	73	7	5	9	93	93	0	11	9	22	21	5	3	10	54	51
2	9	8	93	93	4	1	9	119	119	8	5	9	43	34	1	11	9	38	35	6	3	10	24	21

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
7	3	10	58	64	8	8	10	54	52	1	2	11	60	56	8	6	11	13	9	4	1	12	36	36
9	3	10	45	42	0	9	10	55	67	2	2	11	87	91	9	6	11	34	33	5	1	12	95	93
10	3	10	33	25	1	9	10	70	70	3	2	11	61	62	1	7	11	64	69	6	1	12	62	65
1	4	10	17	15	2	9	10	19	20	4	2	11	63	52	2	7	11	27	25	7	1	12	70	74
2	4	10	99	108	3	9	10	14	13	5	2	11	38	36	3	7	11	41	45	8	1	12	69	65
3	4	10	123	126	4	9	10	59	65	6	2	11	46	47	4	7	11	51	53	9	1	12	29	24
4	4	10	122	119	5	9	10	26	26	7	2	11	74	73	5	7	11	46	49	1	2	12	174	177
5	4	10	91	89	6	9	10	31	26	8	2	11	53	51	6	7	11	37	40	2	2	12	120	117
6	4	10	29	23	7	9	10	16	17	9	2	11	29	28	7	7	11	40	39	3	2	12	195	192
7	4	10	59	60	0	10	10	25	34	10	2	11	20	25	8	7	11	32	35	4	2	12	76	72
8	4	10	36	32	1	10	10	28	28	0	3	11	124	25	0	8	11	23	24	5	2	12	167	164
9	4	10	27	19	2	10	10	17	25	1	3	11	163	174	1	8	11	47	47	6	2	12	37	32
10	4	10	37	35	3	10	10	18	18	2	3	11	55	53	2	8	11	38	40	7	2	12	26	25
0	5	10	35	32	4	10	10	58	61	3	3	11	154	154	3	8	11	21	17	8	2	12	24	21
1	5	10	83	93	6	10	10	34	31	4	3	11	17	21	4	8	11	18	12	9	2	12	31	28
2	5	10	80	79	7	10	10	31	26	5	3	11	109	112	5	8	11	26	24	0	3	12	37	46
3	5	10	79	77	0	11	10	18	10	6	3	11	28	22	6	8	11	31	31	1	3	12	88	86
4	5	10	49	51	1	11	10	19	17	7	3	11	82	81	7	8	11	37	32	2	3	12	107	107
5	5	10	37	39	2	11	10	17	5	8	3	11	22	24	8	8	11	27	28	3	3	12	50	49
6	5	10	36	35	4	11	10	25	20	9	3	11	24	23	1	9	11	48	54	4	3	12	48	48
7	5	10	25	19	5	11	10	22	23	10	3	11	17	21	4	9	11	14	10	5	3	12	58	53
9	5	10	15	21	6	11	10	19	12	0	4	11	107	110	5	9	11	18	15	6	3	12	51	46
0	6	10	94	99	0	12	10	43	43	1	4	11	125	121	6	9	11	28	31	7	3	12	19	15
1	6	10	107	115	1	12	10	60	49	2	4	11	117	114	7	9	11	32	29	8	3	12	31	32
2	6	10	149	150	2	12	10	14	12	3	4	11	100	102	0	10	11	17	25	9	3	12	42	41
3	6	10	119	117	3	12	10	35	30	4	4	11	36	32	1	10	11	17	13	0	4	12	22	18
4	6	10	107	114	1	13	10	23	21	5	4	11	89	93	3	10	11	23	20	1	4	12	83	87
5	6	10	87	89	2	13	10	55	47	6	4	11	57	56	4	10	11	27	17	2	4	12	68	67
6	6	10	32	33	1	0	11	170	169	7	4	11	38	41	5	10	11	36	31	3	4	12	118	123
7	6	10	52	52	2	0	11	16	10	8	4	11	43	38	1	11	11	37	31	4	4	12	59	63
8	6	10	45	44	3	0	11	48	49	9	4	11	35	26	2	11	11	21	19	5	4	12	90	89
9	6	10	20	19	4	0	11	39	27	0	5	11	51	50	3	11	11	38	31	6	4	12	83	78
0	7	10	97	108	5	0	11	141	141	1	5	11	112	114	5	11	11	29	27	7	4	12	30	31
1	7	10	50	49	6	0	11	17	16	3	5	11	42	45	1	12	11	26	25	8	4	12	24	22
2	7	10	79	77	7	0	11	134	129	4	5	11	79	83	2	12	11	49	44	9	4	12	23	30
4	7	10	45	50	8	0	11	24	22	5	5	11	71	73	3	12	11	27	23	0	5	12	36	38
5	7	10	45	51	9	0	11	35	34	6	5	11	30	32	1	0	12	98	97	1	5	12	44	46
6	7	10	71	74	10	0	11	77	77	7	5	11	31	32	2	0	12	95	95	2	5	12	87	92
7	7	10	36	33	1	1	11	150	149	8	5	11	53	50	3	0	12	46	42	3	5	12	80	80
9	7	10	21	7	2	1	11	123	122	9	5	11	17	20	4	0	12	20	27	4	5	12	31	23
0	8	10	44	52	3	1	11	197	191	0	6	11	31	37	5	0	12	128	126	5	5	12	44	44
1	8	10	50	56	4	1	11	99	95	1	6	11	110	112	6	0	12	15	19	6	5	12	35	37
2	8	10	28	34	5	1	11	113	112	2	6	11	18	10	7	0	12	24	24	7	5	12	49	47
3	8	10	77	81	6	1	11	112	114	3	6	11	35	43	8	0	12	30	25	0	6	12	64	61
4	8	10	40	43	7	1	11	78	80	4	6	11	51	47	9	0	12	14	9	1	6	12	85	81
5	8	10	21	18	8	1	11	24	24	5	6	11	22	12	1	1	12	102	107	2	6	12	15	18
6	8	10	27	29	9	1	11	21	21	6	6	11	26	19	2	1	12	68	66	3	6	12	28	27
7	8	10	15	15	10	1	11	80	76	7	6	11	61	53	3	1	12	103	97	5	6	12	22	29

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
6	6	12	43	37	3	2	13	94	89	6	8	13	18	16	7	5	14	19	14	0	5	15	33	32
4	7	12	49	42	4	2	13	51	53	1	9	13	15	8	1	6	14	23	23	1	5	15	26	22
0	7	12	34	39	5	2	13	63	60	2	9	13	26	23	2	6	14	20	15	2	5	15	37	37
1	7	12	19	16	6	2	13	44	39	3	9	13	15	13	3	6	14	38	38	3	5	15	19	19
2	7	12	63	59	7	2	13	43	38	4	9	13	38	36	4	6	14	19	17	4	5	15	20	18
3	7	12	39	36	8	2	13	19	21	0	10	13	23	24	5	6	14	34	27	5	5	15	35	34
4	7	12	46	41	9	2	13	36	30	2	10	13	21	21	6	6	14	35	36	6	5	15	34	34
5	7	12	64	65	0	3	13	188	191	3	10	13	18	15	7	6	14	24	19	1	6	15	27	27
6	7	12	29	35	1	3	13	99	99	4	10	13	14	10	1	7	14	34	29	2	6	15	12	2
7	7	12	17	17	2	3	13	36	29	2	11	13	26	20	3	7	14	23	24	3	6	15	30	25
8	7	12	17	20	3	3	13	113	114	1	0	14	18	13	4	7	14	16	12	4	6	15	13	8
0	8	12	61	65	5	3	13	57	58	3	0	14	28	22	5	7	14	18	16	6	6	15	31	26
1	8	12	30	34	6	3	13	17	14	5	0	14	40	39	6	7	14	29	26	0	7	15	42	40
2	8	12	30	23	7	3	13	26	19	6	0	14	38	38	2	8	14	47	40	1	7	15	24	24
3	8	12	32	34	8	3	13	46	41	1	1	14	73	68	3	8	14	22	24	2	7	15	28	24
4	8	12	29	35	0	4	13	52	56	3	1	14	38	42	4	8	14	49	42	3	7	15	13	15
6	8	12	32	30	1	4	13	28	28	4	1	14	40	32	5	8	14	17	18	4	7	15	44	36
0	9	12	44	43	2	4	13	90	84	5	1	14	17	18	1	9	14	13	3	0	8	15	19	11
1	9	12	35	37	3	4	13	37	34	6	1	14	33	37	2	9	14	37	32	1	8	15	13	11
2	9	12	15	11	4	4	13	30	23	7	1	14	26	19	4	9	14	23	20	2	8	15	57	49
3	9	12	19	18	5	4	13	24	21	8	1	14	18	18	0	10	14	22	20	3	8	15	20	17
2	10	12	13	18	6	4	13	28	33	1	2	14	21	18	2	10	14	33	34	4	8	15	39	31
3	10	12	18	18	7	4	13	30	28	2	2	14	96	92	2	0	15	39	33	0	9	15	46	46
4	10	12	22	22	8	4	13	30	28	3	2	14	59	57	3	0	15	24	25	2	9	15	49	38
5	10	12	22	23	0	5	13	92	61	4	2	14	16	7	5	0	15	29	26	1	0	16	46	47
0	11	12	15	12	1	5	13	85	81	5	2	14	19	12	6	0	15	17	16	3	0	16	27	22
1	11	12	32	29	2	5	13	25	26	6	2	14	43	41	1	1	15	34	33	4	0	16	27	27
2	11	12	19	14	4	5	13	57	63	7	2	14	19	15	3	1	15	61	61	5	0	16	25	19
0	12	12	18	14	5	5	13	23	23	0	3	14	62	63	4	1	15	14	6	6	0	16	17	10
1	12	12	21	19	8	5	13	28	23	1	3	14	30	36	5	1	15	16	16	1	1	16	26	23
1	0	13	44	40	1	6	13	37	33	2	3	14	22	26	6	1	15	18	14	2	1	16	39	38
2	0	13	127	122	2	6	13	60	55	3	3	14	26	21	7	1	15	17	17	4	1	16	16	14
4	0	13	12	5	4	6	13	42	40	4	3	14	28	27	1	2	15	72	71	5	1	16	20	21
5	0	13	41	39	6	6	13	20	20	5	3	14	50	48	2	2	15	42	42	6	1	16	21	19
6	0	13	14	9	7	6	13	30	28	8	3	14	17	17	3	2	15	51	48	1	2	16	50	50
7	0	13	43	37	0	7	13	29	30	0	4	14	98	106	4	2	15	28	27	2	2	16	11	14
8	0	13	42	37	1	7	13	32	30	1	4	14	39	38	5	2	15	44	47	3	2	16	41	38
9	0	13	20	25	2	7	13	42	48	2	4	14	64	65	7	2	15	23	18	4	2	16	13	11
1	1	13	79	79	3	7	13	27	24	3	4	14	34	35	0	3	15	30	31	5	2	16	18	20
2	1	13	44	44	4	7	13	25	27	4	4	14	75	75	1	3	15	13	18	1	3	16	35	36
3	1	13	15	5	5	7	13	36	34	5	4	14	22	17	2	3	15	60	59	2	3	16	63	60
4	1	13	79	81	6	7	13	14	17	6	4	14	20	22	3	3	15	65	57	3	3	16	47	47
5	1	13	15	9	7	7	13	18	17	8	4	14	23	14	4	3	15	39	39	5	3	16	33	33
6	1	13	43	37	1	8	13	37	29	0	5	14	54	54	5	3	15	33	27	6	3	16	22	18
7	1	13	55	51	2	8	13	19	21	2	5	14	54	56	6	3	15	16	15	0	4	16	17	9
8	1	13	51	51	3	8	13	20	10	3	5	14	14	10	2	4	15	40	38	1	4	16	34	36
1	2	13	66	70	4	8	13	16	12	4	5	14	27	28	3	4	15	23	12	2	4	16	35	24
2	2	13	43	43	5	8	13	28	31	5	5	14	16	16	4	4	15	33	33	3	4	16	53	49

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
4	4	16	24	19	4	7	16	25	25	5	1	17	28	23	3	4	17	32	30	4	0	18	18	19
5	4	16	37	31	0	8	16	21	18	1	2	17	31	28	4	4	17	18	18	2	1	18	22	15
6	4	16	33	32	1	8	16	28	26	2	2	17	21	17	0	5	17	22	29	3	1	18	17	16
1	5	16	34	26	2	8	16	29	24	3	2	17	27	27	1	5	17	46	42	4	1	18	53	40
2	5	16	44	37	1	0	17	18	15	4	2	17	23	18	3	5	17	32	31	1	2	18	41	33
1	6	16	13	6	2	0	17	62	49	5	2	17	33	26	4	5	17	42	34	2	2	18	20	16
2	6	16	27	22	3	0	17	15	5	1	3	17	16	9	0	6	17	14	12	3	2	18	40	32
3	6	16	33	28	5	0	17	17	13	2	3	17	23	15	2	6	17	22	22	4	2	18	15	12
4	6	16	26	20	1	1	17	32	24	4	3	17	29	30	3	6	17	32	26	1	3	18	17	14
0	7	16	28	26	2	1	17	11	3	0	4	17	25	29	1	7	17	34	28	1	4	18	11	9
1	7	16	35	27	3	1	17	35	31	1	4	17	35	29	1	0	18	26	10	2	4	18	35	23
2	7	16	52	47	4	1	17	15	17	2	4	17	35	27	3	0	18	28	16	1	5	18	18	16
3	7	16	23	6																				

Lebenslauf

Name:	Claus-Dieter Bödecker
Geboren:	23.2.1954 in Recklinghausen
Eltern:	Friedrich-Wilhelm Bödecker, Pfarrer und seine Ehefrau Edeltraut, geb. Teders. Die Mutter verstarb 1970.
Familienstand:	verheiratet
Schulausbildung:	1960-1964 Volksschule in Bochum 1964-1972 Goethe Schule in Bochum Gymnasium für Jungen 29.5.1972 Abitur
Bundeswehr:	1.7.1972 - 30.9.1973 Korps-Fernmeldebataillon 110
Studium:	ab WS 1973 Studium an der Ruhr-Universität Bochum Fachrichtung Chemie Oktober 1975 Vordiplom Juni 1979 Erlangung des akad. Grades Diplom-Chemiker nach Ablegung der Hauptprüfung und Durchführung einer einjährigen Diplomarbeit am Institut für Org. Chemie I der Ruhr-Universität Bochum unter der Leitung von Herrn Priv. Doz. Dr. O. Ermer

D. GRÄBNER

DISSERTATIONS U. OFFSETDRUCKEREI

Gotenstraße 3
8602 Altendorf bei Bamberg
Telefon: 09545/8791